

**MAX-PLANCK-INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK**  
**GARCHING BEI MÜNCHEN**

**Strahlenschäden, Einfang und Desorption  
bei der Implantation von Helium und Deuterium  
in Graphit, Diamant und Siliziumkarbid**

Damage, trapping und desorption  
at the implantation of helium und deuterium  
in graphite, diamond and silicon carbide.

**Gonzalo Alonso Ramos López**

IPP 9/105

Juli 1995

*Die nachstehende Arbeit wurde im Rahmen des Vertrages zwischen dem  
Max-Planck-Institut für Plasmaphysik und der Europäischen Atomgemeinschaft über die  
Zusammenarbeit auf dem Gebiete der Plasmaphysik durchgeführt.*

Juli 1995

### Zusammenfassung

Die Erzeugung, die thermische Stabilität und die Struktur von Ioneninduzierten Defekten bei Implantation von Deuterium und Helium mit Ionenenergien von 8 und 20 keV wurde durch Rutherfordstreuung in Channelinggeometrie in Graphit, Diamant und SiC untersucht.

Unter gleichen Bedingungen werden bei Deuterium- oder Heliumimplantation mehr Strahlenschäden in Graphit als in Diamant oder SiC nachgewiesen. Dabei handelt es sich beim Graphit um eine erhöhte Rückstreuung, die ihre Ursache einerseits in der Spaltung und gleichzeitigen Verkippung von Kristalliten und andererseits in der lokalen Umordnung von Gitteratomen um die Defekte hat.

Bei 300 K und gleicher Schädigungstiefenverteilung erzeugt Helium in allen Materialien mehr Schädigung als Deuterium. Die Verhältnisse der Anzahl der Defekte, die durch die Deuterium- und Heliumimplantation erzeugt werden, stimmen gut mit den entsprechenden Verhältnissen der in nuklearen Stößen deponierten Energien überein.

In Graphit heilen unterhalb von 800 K zum großen Teil nur kleine deuteriuminduzierte Defektkonzentrationen aus, während in Diamant kleine Defektkonzentrationen sowohl von deuterium- als auch von heliuminduzierten Defekten zum großen Teil ausheilen. Dieses Ausheilen ist auf die Rekombination von Punktdefekten zurückzuführen.

In Graphit ist das Aufsammeln von Helium und Deuterium verschieden. Während bei Deuterium das Aufsammeln kontinuierlich bis zum Erreichen der Sättigung erfolgt, wird das Aufsammeln von Helium durch das Abblättern der implantierten Schicht unterbrochen. In Diamant werden sowohl Helium als auch Deuterium zunächst praktisch vollständig aufgesammelt, bis bei höheren Fluenzen die Reemission allmählich einsetzt und die Sättigung erreicht wird.

Bei der thermischen Desorption von Helium aus flächenorientiertem Graphit werden zwei Mechanismen festgestellt. Die Desorption von Helium, das bei kleinen Fluenzen implantiert wurde, erfolgt durch Diffusion an die Oberfläche, während im Fall hoher Fluenzen die Freisetzung durch das Öffnen von Blistern dominiert wird. Bei der Desorption von Deuterium aus Diamant und Graphit werden deutliche Unterschiede festgestellt. Während aus Graphit Deuterium schon ab 800 K desorbiert, wird in Diamant bis zu 1140 K wenig Desorption beobachtet. Diese Unterschiede werden auf die verschiedenen Transporteigenschaften von Deuterium und Kohlenwasserstoffen in Graphit und Diamant zurückgeführt.

\* Diese Arbeit ist identisch mit der Dissertation gleichen Titels, die im September 1994 bei der Universität Bayreuth eingereicht wurde.

Juli 1995

## Abstract

The production, thermal stability and structure of ion induced defects have been studied by Rutherford backscattering in channeling geometry for the implantation of helium and deuterium in graphite, diamond and silicon carbide with energies of 8 and 20 keV.

At the implantation of deuterium and helium ions more defects were measured in graphite than in diamond or silicon carbide at equal experimental conditions. This is due to increased backscattering in graphite, which is caused by the splitting and tilting of crystallites and a local reordering of lattice atoms around defects.

At 300 K, Helium produces more defects in all three materials than deuterium with equal depth distribution of defects. The ratio of the defects produced by helium and deuterium agrees very well with the corresponding ratio of the energy deposited in nuclear collisions.

In graphite, only small concentrations of deuterium induced defects anneal below 800 K, while in diamond small concentrations of deuterium as well as of helium induced defects anneal mostly below 800 K. This annealing behavior is considered to be due to recombination of point defects.

The buildup of helium and deuterium in graphite is different. The trapping of deuterium proceeds until saturation is reached, while in the case of helium trapping is interrupted by flaking. In diamond, deuterium as well as helium are trapped almost completely until at higher fluences reemission starts and saturation is reached.

Two desorption mechanisms were identified for the thermal desorption of helium from base-oriented graphite. Helium implanted at low fluences desorbs diffusing to the surface, while for the implantation of high fluences the release of helium due to blistering dominates. The desorption of deuterium from graphite and diamond shows differences. While in graphite the desorption starts already at 800 K, in diamond up to 1140 K only little desorption can be observed. These differences can be explained by the different transport properties of deuterium and hydrocarbons through graphite and diamond.

\* This report is identical with a dissertation under the same title which was submitted to the Universität Bayreuth in September 1994.

1. Einleitung und Aufbau

2. Methodik

2.1. Erhebungsmethoden

2.2. Stichprobenauswahl

2.3. Datenerhebung

2.4. Datenanalyse

2.5. Ergebnisse

2.6. Diskussion

2.7. Zusammenfassung

3. Literaturverzeichnis

*Meiner Frau Leticia und  
meinen Kindern Xanat und Enrique*

1. Einleitung und Aufgabenstellung.....	1
2. Wechselwirkung energiereicher Ionen mit Festkörpern. ....	5
2.1. Energieverlust.....	5
2.2. Defekte in Festkörpern .....	7
2.2.1 Defekte durch Ionenbeschuß.....	8
2.2.2 Modelle zur Defektbildung durch Ionenbeschuß.....	8
2.3 Struktur und Eigenschaften von Kohlenstoff und Siliziumkarbid .....	11
2.3.1. Graphit .....	11
2.3.2. Diamant.....	18
2.3.3. Siliziumkarbid.....	20
3. Meßmethoden und experimenteller Aufbau.....	23
3.1. Meßmethoden.....	23
3.1.1 Rutherford-Rückstreuanalyse (RBS).....	23
3.1.2 Gitterführungseffekt (RBS-c).....	25
3.1.2.1 Iteratives Verfahren für die Berechnung des Tiefenprofils.....	31
3.1.2.2 Gitterführungsuntersuchungen an HOPG .....	32
3.1.3 Dechannelinganalyse.....	34
3.1.3.1 Dechannelinganalyse an Silizium .....	36
3.1.4. Kernreaktionsanalyse .....	42
3.1.5 Thermische Desorptionsanalyse (TDS) .....	43
3.2. Experimenteller Aufbau .....	44
3.2.1 Verlauf der Messungen .....	46
3.2.2 Meßfehler .....	46
3.2.3 Probenpräparation .....	48
4. Ergebnisse .....	49
4.1. Graphit .....	49
4.1.1. Strahlenschädenerzeugung.....	49
4.1.1.1 Heliumimplantation bei 300 K.....	49
4.1.1.2 Heliumimplantation bei 720 K.....	53
4.1.2 Thermische Behandlung der implantierten Proben.....	55
4.1.3. Defektstruktur .....	59
4.1.4. Heliumeinfang.....	60
4.1.5. Thermische Desorption .....	62
4.1.5.1 Implantation bei 300 K.....	62
4.1.5.2 Implantation bei 720 K.....	65
4.1.5.3 Implantation in EK98.....	65
4.2. Diamant.....	66
4.2.1. Strahlenschädenerzeugung.....	67
4.2.2. Thermische Behandlung der implantierten Proben.....	71
4.2.3. Defektstruktur .....	71
4.2.4. Einfang und Desorption von Deuterium und Helium .....	72
4.3. Siliziumkarbid.....	75
4.3.1. Strahlenschäden.....	75
4.3.2. Defektstruktur .....	78

5. Diskussion.....	81
5.1 Strahlenschäden.....	81
5.1.1 Strahlenschädenerzeugung.....	81
5.1.1.1 Vergleich zwischen RBS-c und TRIM.SP.....	81
5.1.1.2 Vergleich zwischen RBS-c und TEM.....	87
5.1.1.3 Die Rückstreuung in Graphit.....	89
5.1.1.4 Struktur der Defekte.....	92
5.1.1.5 Vergleich zwischen Helium und Deuterium.....	95
5.1.2 Ausheilen.....	97
5.2. Einfang und Desorption.....	101
5.2.1 Heliumeinfang.....	101
5.2.2 Deuteriumeinfang.....	103
5.2.3 Heliumdesorption.....	104
5.2.4 Deuteriumdesorption.....	106
6. Zusammenfassung.....	109
Referenzen.....	111

# Symbolverzeichnis

$a_0$	Bohrscher Radius (0.528 Å).
$A_d$	Anzahl verlagerter Atome pro einfallendem Ion.
$A_d^{\text{RBS-c}}$	Anzahl der gebildeten Defekte pro einfallendem Ion, gemessen mittels RBS-c.
$A_d^{\text{TRIM.SP}}$	Anzahl der gebildeten Leerstellen pro einfallendem Ion, berechnet mit TRIM.SP.
$a_{\text{f}}$	Thomas-Fermi Abschirmlänge
$c^2$	Lindhard-Konstante (=3)
$d$	Interatomarer Abstand entlang der Kette.
$e$	Elementarladung ( $e^2=14.4 \text{ eV}\cdot\text{Å}$ )
$E_0$	Anfangsenergie des einfallenden Teilchens.
$E_1$	Energie des rückgestreuten Teilchens.
$E_a$	Aktivierungsenergie der Desorption.
$E_d$	Verlagerungsenergie.
$E^m, E_v^m, E_1^m$	Wanderungsenergie für Defekte, für Leerstellen und Zwischengitteratome.
$E^B, E_v^B, E_1^B$	Bildungsenergie für Defekte, für Leerstellen und Zwischengitteratome.
EK98	Feinkörniger pyrolytischer Graphit.
$E_n$	Gesamte Energie, die durch nukleare Stöße einem Atom übertragen wird.
$E_{\perp}$	Transversale Energie.
$f$	Streufaktor.
$F(r)$	Ionenfluß.
$H$	Rückstreuerausbeute.
$H_g$	Rückstreuerausbeute eines Einkristalls entlang einer Hauptachse.
HOPG	Hochorientierter pyrolytischer Graphit.
HPG	High purity graphite.
$K$	Kinematischer Faktor im Laborsystem.
$L_a, L_c$	Kristallitgröße entlang der a- bzw. der c-Achse.
$M_1, M_2$	Masse des einfallenden Teilchens bzw. des Gitteratoms.
$N$	Atomare Dichte des Elementen.

$n(z)$	Defektverteilung.
$N_d$	Defektdichte.
$P$	Wahrscheinlichkeit für die Bildung einer Leerstelle.
$Q$	Anzahl der Projektile, die auf das Target treffen.
$r$	Stoßparameter.
$R_a, R_b$	Anfang bzw. Ende der geschädigten Tiefe.
RBS	Rutherford-Rückstreuanalyse.
RBS-c	Gitterführungseffekt.
$R_c$	Kritischer Radius für Gitterführung.
$R_d$	Maximum der Tifenverteilung der deponierten Energie.
$R_p$	Maximum der Tifenverteilung der implantierten Teilchen.
$S_e, S_n$	Differentieller elektronischer und nuklearer Energieverlust.
TDS	Thermische Desorptionsanalyse.
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie.
$T_p$	Temperatur, bei der die Desorptionsrate ein Maximum hat.
$U(r)$	Kontinuumpotential.
$V(r)$	Wechselwirkungspotential.
$Z_1, Z_2$	Kernladungszahl des projektils bzw. des Targetatoms.
$\alpha_{hkl}$	Verhältnis der Energieverluste zwischen Gitterführungs- und Randomrichtung.
$\beta$	Aufheizrate.
$\Delta E_{in}$	Energieverlust auf dem Weg von der Oberfläche bis zum Stoß.
$\Delta E_{out}$	Energieverlust auf dem Weg von der Oberfläche bis zum Stoß.
$\xi$	Schädigungseffizienz.
$\theta$	Einfallswinkel im Laborsystem.
$\Omega$	Raumwinkel des Detektors.
$\Phi_A^{RBS-c}$	Fluenz, bei der die Randomhöhe zuerst erreicht wird..
$\Phi_E^{RBS-c}$	Fluenz, bei der die Randomhöhe in der gesamten geschädigten Tiefe erreicht wird.
$\Phi^{TEM}$	Fluenz, bei der die Amorphisierung mit TEM beobachtet wird.
$\nu$	Sprungfrequenz von Zwischengitteratomen.
$\tau$	Dicke im Material, die der Energiebreite $\Delta E$ entspricht.
$\psi$	Winkel der Projektilbahn zu dichtgepackten Gitterachsen.
$\psi_c$	Kritischer Winkel für Gitterführung.
$\rho$	Thermische Schwingungsamplitude.



$\sigma(E)$	Differentieller Rückstreuquerschnitt
$\sigma_D, \sigma_{ZG}, \sigma_{Ver}$	Dechannelingquerschnitt für Defekte, für Zwischegitteratome und Versetzungen.
$\chi_{min}$	Minimale normierte Rückstreausbeute.
$\chi_{dech}(z_n)$	Minimale normierte Rückstreausbeute, die auf das Dechanneling-Effekt beruht
$\chi_{dir}(z)$	Minimale normierte Rückstreausbeute, die auf direkte Stöße an Defekte beruht.
$\chi_{sch}(z)$	Minimale normierte Rückstreausbeute des geschädigtem Kristalls.
$\chi_{vir}(z_n)$	Minimale normierte Rückstreausbeute des defektfreiem Kristalls.

# 1. Einleitung und Aufgabenstellung

Die Verschmelzung von leichten Ionen, die thermonukleare Fusion, ist eine der aussichtsreichsten Energiequellen für die Zukunft. Dazu soll die kontrollierte Fusion von Wasserstoffisotopen, insbesondere die Kernreaktion  $D(T, ^4\text{He})n$ , in einem magnetisch eingeschlossenen Plasma eines Tokamak oder Stellarators angewendet werden. Wegen der Unvollständigkeit des magnetischen Einschlusses können die Produkte der Fusionsreaktionen zusammen mit den Wasserstoffionen und -atomen das Plasmavolumen verlassen und auf die Gefäßwände treffen. Dort werden sie in Abhängigkeit von ihrer Energie und ihrem Einfallswinkel in das Wandmaterial implantiert oder von diesem reflektiert. Beim Eindringen in die Wand erzeugen sie Defekte der Struktur und Zerstäubung des Wandmaterials.

Durch Zerstäubung ausgelöste Wandatome können in das Plasma eindringen und dieses verdünnen. Außerdem erhöhen die Wandatome im Plasma die Abstrahlung von Energie. Beide Prozesse verringern die Reaktionsrate der Fusionsprozesse. Die Teilchenflüsse treffen in heutigen Plasmamaschinen nicht gleichmäßig auf die gesamte Wandoberfläche sondern mit besonders hoher Intensität auf bestimmte Flächen wie z.B. die Divertorplatten. Die Materialien, die für die innere Wand und insbesondere für die hochbelasteten Wandflächen eingesetzt werden, sollen möglichst kleine Zerstäubungsausbeuten, gute Wärmeleitfähigkeit, eine niedrige Kernladungszahl  $Z$  und gleichzeitig hohe Schmelz- bzw. Sublimationstemperaturen haben. Diese Kriterien werden von bestimmten Graphitmodifikationen, von mit Bor, Silizium oder Titan dotierten faserverstärkten Kohlenstoffen (CFC) sowie teilweise von Siliziumkarbid erfüllt.

Neben der Verunreinigung des Plasmas ist die Reemission von Wasserstoff aus der Gefäßwand, das sogenannte Recycling, sowie das Aufsammeln von Wasserstoff in der Wand für die Energie- und Teilchenbilanz des Plasmas von großer Bedeutung. Diese Prozesse bestimmen die Rate der Fusionsreaktionen sowie das Wasserstoffinventar in der Wand. Wegen der Verwendung von Tritium bedeutet ein hohes Wasserstoffinventar ein gewisses radioaktives Strahlungsproblem.

In diesem Zusammenhang ist die Wechselwirkung von Wasserstoff mit Graphit und verschiedenen Karbiden in den letzten zwei Jahrzehnten intensiv untersucht worden. Die Resultate sind in mehreren Veröffentlichungen zusammengefaßt worden [Möller 1986, Wilson 1987, Möller 1989, Wilson 1991]. Bei niedrigen Temperaturen und kleinen Fluenzen wird Wasserstoff in Graphit am Ende seiner kinetischen Reichweite eingefangen. Mit zunehmender Fluenz baut sich eine mit Wasserstoff gesättigte Schicht auf. Für mittlere Temperaturen erfolgt die Diffusion entlang Korngrenzen und Poren, für hohe Temperaturen dagegen durch die Körner [Causey 1986, Wilson 1987]. Die hohe Bindungsenergie von Wasserstoff in Graphit und SiC deutet darauf hin, daß Wasserstoff in diesen Materialien chemisch gebunden ist [Erents 1976a,

## 1. EINLEITUNG

*Nagata 1984*]. Für Graphit ist bisher ungeklärt, ob Gitterfehler für die Bindung von Wasserstoff notwendig sind. Frühere Arbeiten deuten darauf hin [*Sone 1982, Scherzer 1982, Wampler 1990, Siegele 1991*]. Wasserstoff wird für kleine Fluenzen auch dann vollkommen aufgesammelt, wenn dabei keine neuen Defekte erzeugt werden [*Siegele 1991, Siegele 1993*]. Die Rolle von Gitterfehlern, die bereits vor der Implantation vorhanden sind, ist für die Bindung des Wasserstoffs bisher unklar. In SiC werden bei hoher Temperatur etwa gleich viele Defekte erzeugt wie Wasserstoffatome aufgesammelt werden [*Siegele 1991*]. Wasserstoff wird dabei an Atome, die die Gitterfehler bilden, gebunden und stabilisiert diese, so daß sie unterhalb von 1300 K thermisch nicht ausheilen können [*Siegele 1991*]. Bei der Untersuchung, welchen Einfluß ioneninduzierte Defekte auf das Aufsammeln von Wasserstoff in Graphit haben, wurden bei gleicher Implantationsfluenz mit Rutherforddrückstreuung (RBS-c) etwa zehnmal mehr Defekte als mit Elektronenmikroskopie (TEM) beobachtet [*Siegele 1991, Siegele 1993*].

Die Wechselwirkung von Helium mit Graphit und Karbiden ist weniger ausgiebig untersucht worden als die von Wasserstoff [*Miyahara 1988, Atsumi 1986*]. Diese Frage gewinnt in Fusionsreaktoren, in denen große Flüsse von Alphateilchen erzeugt werden, an Bedeutung. In Graphit zeigt Helium eine kleine Bindungsenergie und eine Aufsammelwahrscheinlichkeit kleiner als eins [*Langley 1978, Möller 1982, Atsumi 1986*]. Die Beweglichkeit von Helium ist in Graphit stark richtungsabhängig [*Jung 1992*]. In SiC wird Helium für kleine Fluenzen vollständig aufgesammelt. Für hohe Fluenzen wird die Bildung von Blasen beobachtet [*Hojou 1992, Miyagawa 1984*]. Über den Einfluß von ioneninduzierten Defekten auf das Aufsammeln von Helium in Graphit und SiC ist wenig bekannt.

## Aufgabenstellung

Aufgabe dieser Arbeit ist der Vergleich der Wechselwirkung von Helium und Graphit mit der von Wasserstoff und Graphit. Insbesondere soll die Erzeugung von Strahlenschäden durch die Implantation von Helium und die Entwicklung dieser Strahlenschäden mit der Temperatur untersucht werden. Da in früheren Experimenten beobachtet wurde, daß Helium schon bei relativ niedrigen Temperaturen vollständig aus Graphit desorbiert, sollte es möglich sein, Ausheilprozesse ohne die Anwesenheit von Gas zu untersuchen. Auf diese Weise könnte auf die stabilisierende Wirkung von Wasserstoff auf Defekte in Graphit geschlossen werden.

Die Bestimmung von Strahlenschäden soll mit Rutherforddrückstreuung in Gitterführungsgeometrie (RBS-c) erfolgen. Dabei soll festgestellt werden, ob auch für die Heliumimplantation mehr ioneninduzierte Defekte mit RBS-c als mit TEM beobachtet werden. Dieser Unterschied wurde bei der Implantation von Wasserstoff in Graphit gefunden. Wenn dieser Effekt bei der Wasserstoffimplantation mit dem Einfluß der chemischen Bindung zwischen Wasserstoff und Kohlenstoff auf die Erzeugung von Strahlenschäden zusammenhängt, ist ein Unterschied bei der Heliumimplantation zu erwarten, da dort die Strahlenschädenerzeugung im wesentlichen durch kinetische Energieübertragung erfolgt.

Um den Einfluß der Gitterstruktur von Graphit auf die Bildung von Defekten und das Aufsammeln und Desorbieren von Wasserstoff und Helium zu verstehen, ist ein Vergleich zwischen Graphit und Materialien anderer Gitterstrukturen wie Diamant und SiC sinnvoll. Die Bindung von Kohlenstoff in Diamant und Graphit sowie viele Eigenschaften beider Materialien sind sehr verschieden. Daher sind auch große Unterschiede der Defektbildung, ihrer

thermischen Stabilität und des Aufsammel- und Desorptionsverhaltens von Wasserstoff und Helium zu erwarten. Dabei kann der Einfluß der Defektstruktur auf die stabilisierende Wirkung des Wasserstoffs untersucht werden. Die Bestimmung der Defektstruktur mit der Ionenstrahltechnik soll durch Untersuchung der Energieabhängigkeit des Hintergrundes der Rutherforddrückstreuung in-situ erfolgen.

## 2. Wee mit

### 2.1. Er

Ein-...  
ver...  
...  
...

wobei die ...

Die theore...  
Sob...  
Hess...  
1953, Lind...  
von meh...  
Zep... 19...

Elektro...

Der ele...  
Festkor...  
...  
reakte...  
durch ...  
...

...  
...

Ein...

...

## 2. Wechselwirkung energiereicher Ionen mit Festkörpern.

### 2.1. Energieverlust

Ein energiereiches Ion von einigen eV bis einigen MeV, das in einen Festkörper eindringt, verliert seine Energie durch Stöße mit den Festkörperatomen und -elektronen. Der gesamte Energieverlust  $S$  kann in einen elektronischen und einen nuklearen Anteil aufgeteilt werden:

$$S = S_e + S_n \quad (2.1)$$

wobei die Indizes  $e$  und  $n$  für Energieabgabe an Elektronen bzw. an Atomkerne stehen.

Die theoretische Beschreibung des Energieverlustes geht auf die Arbeiten von Bohr [Bohr 1913, Bohr 1915, Bohr 1948], Bethe [Bethe 1930, Bethe 1932, Bethe 1934], Bloch [Bloch 1933a, Bloch 1933b], Firsov [Firsov 1957a, Firsov 1957b, Firsov 1958a, Firsov 1958b] und Lindhard [Lindhard 1953, Lindhard 1954, Lindhard 1963, Lindhard 1964, Lindhard 1968] zurück. Diese sind inzwischen von mehreren Autoren zusammengefaßt worden [Bichsel 1970, Sigmund 1975, Ahlen 1980, Ziegler 1985].

#### Elektronischer Energieverlust

Der elektronische Energieverlust  $S_e$  bestimmt im wesentlichen die Weglänge der Ionen im Festkörper. Bei dieser Wechselwirkung wird die Richtungsänderung des Projektils vernachlässigt. Für die Beschreibung des elektronischen Energieverlustes werden die Elektronen des Festkörpers als Gas freier Elektronen betrachtet. Dabei wird die Elektronendichteverteilung durch die "local density approximation" genähert [Lindhard 1953]. Für kleine Energien (Bereich I) ist  $S_e$  proportional zur Geschwindigkeit des Ions:

$$S_e^I \sim v_{\text{ion}} \sim \sqrt{E_{\text{ion}}} \quad (2.2)$$

Für hohe Energien (Bethe-Bloch-Bereich, Bereich II) ist der Energieverlust proportional zu  $1/E$ :

$$S_e^{II} \sim \frac{1}{E_{\text{ion}}} \quad (2.3)$$

Für die Berechnung von  $S_e$  im nieder- und hochenergetischen Bereich sind mehrere Modelle vorgeschlagen worden [Lindhard 1961, Oen 1976, Bethe 1930, Bethe 1932, Bloch 1933a]. Für niedrige Ionenenergien wird im Lindhard-Scharff-Modell [Lindhard 1961] für die Berechnung

## 2.1 ENERIEVERLUST

des elektronischen Energieverlustes das Elektronengas als ein viskoses Medium betrachtet, in dem sich die Ionen bewegen, während im Oen-Robinson-Modell [Oen 1976] der Energieverlust aus der lokalen Impulsübertragung auf die Elektronen bei einem Stoß mit einem Targetatom berechnet wird. Für mittlere Energien ist die Modellierung von  $S_e$  schwierig. Varelas und Biersack [Varelas 1970] haben folgenden Ausdruck vorgeschlagen:

$$\frac{1}{S_e} = \frac{1}{S_e^I} + \frac{1}{S_e^{II}} \quad (2.4)$$

Dieser Ausdruck stimmt mit den experimentell gemessenen Energieverlusten gut überein [Ziegler 1985].

Für die Energieverluste von Helium und Wasserstoff in Festkörpern haben Ziegler und Anderson anhand einer Sammlung von experimentellen Daten semiempirische Formeln entwickelt [Anderson 1977, Ziegler 1977, Ziegler 1985]. Abb. 2.1 zeigt die Abhängigkeit des elektronischen Energieverlustes  $S_e$  von der Ionenenergie für Wasserstoff und Helium in Kohlenstoff, berechnet mit dem Zieglerschen Modell.

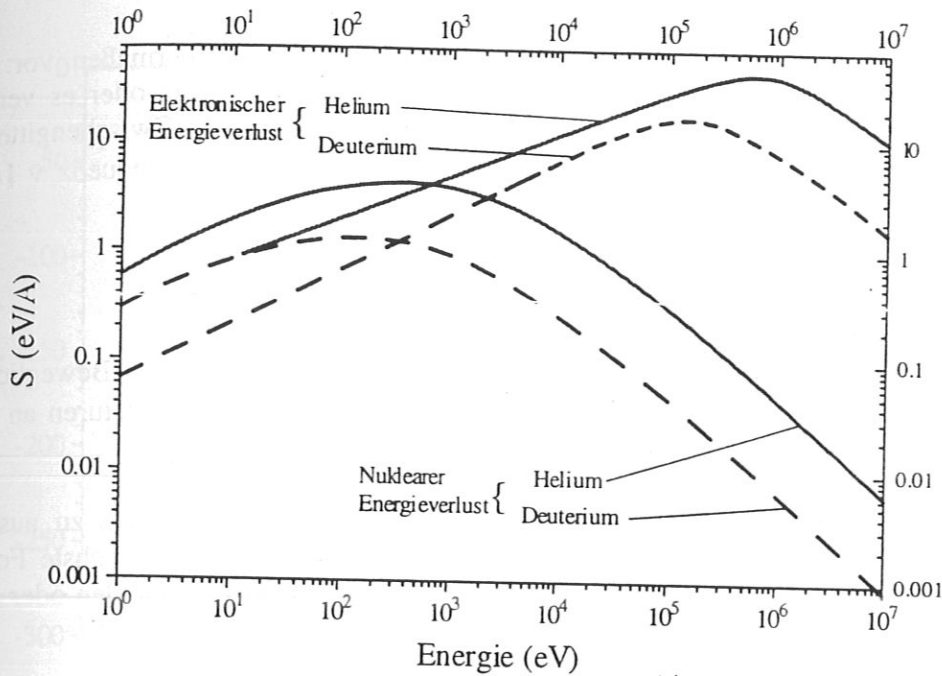
Insgesamt sind die elektronischen Energieverluste theoretisch gut verstanden und die Übereinstimmung mit den Experimenten ist gut. Bei Energien für welche  $S_e$  ein Maximum hat ist die Modellierung zwar schwierig, es gibt aber genug experimentelle Daten um gute Fits zu machen [Anderson 1977, Ziegler 1977]. Für sehr kleine Energien (einige keV/a.m.u.) sind keine experimentellen Daten vorhanden [Eckstein 1991]. Für diesen Bereich können die Modelle von Lindhard-Scharff, Oen-Robinson und Ziegler et al. verwendet werden. Oft wird der Mittelwert zwischen den Modellen von Lindhard-Scharff und Oen-Robinson verwendet [Eckstein 1991]. Für Targets, die aus mehreren Elementen bestehen, kann die Braggsche Regel, d.h. die lineare Addition der Energieverluste der einzelnen Komponenten häufig verwendet werden, obwohl für Elemente mit kleiner Kernladungszahl Abweichungen von der Regel beobachtet werden [Bragg 1905, Boutard 1988].

### Nuklearer Energieverlust

Der nukleare Energieverlust wird durch die Wechselwirkung zwischen zwei positiven, in der Regel abgeschirmten Ladungen beschrieben. Durch diese Wechselwirkung kann das Projektil seine Richtung ändern. Dies äußert sich in einer Aufweitung der Flächen- und Tiefenverteilung der implantierten Teilchen sowie in der Reflexion von Projektilen.

Für die Berechnung des nuklearen Energieverlustes sind mehrere Wechselwirkungspotentiale vorgeschlagen worden: unter anderen das Thomas-Fermi-Potential [Sommerfeld 1932], das Moliere-Potential [Moliere 1947], das Lenz-Jensen-Potential [Lenz 1932], das ZBL-Potential [Ziegler 1985] und das Kr-C-Potential [Wilson 1977]. Eine zusammenfassende Beschreibung der verschiedenen Potentiale kann im Buch von Torrens gefunden werden [Torrens 1972]. Das ZBL-Potential und das Kr-C-Potential geben gute Übereinstimmung mit Experimenten [O'Connor 1986, Ziegler 1985]. Für das ZBL-Potential haben Ziegler et al. semiempirische Fitformeln entwickelt.

Abb. 2.1 zeigt neben dem elektronischen den nuklearen Energieverlust  $S_n$  berechnet mit dem Kr-C-Potential für He und H in Kohlenstoff.  $S_n$  ist über einen weiten Energiebereich sehr viel kleiner als  $S_e$ . Für kleine Energien überwiegt jedoch der nukleare Energieverlust.



**Abb. 2.1** Energieverlust für Helium und Deuterium in Kohlenstoff berechnet mit dem Lindhard-Scharff- bzw. Kr-C-Potential in Abhängigkeit von der Ionenenergie.

## 2.2. Defekte in Festkörpern

Die einfachsten Fehler in einem idealen Kristall stellen die Punktdefekte dar. Das sind Leerstellen und Zwischengitteratome. Eine einfache Leerstelle (Schottky-Fehler) entsteht dann, wenn ein Gitteratom seinen Platz verläßt und bis zur Oberfläche wandert. Wenn ein Gitteratom seinen Platz verläßt und einen Zwischengitterplatz besetzt, entsteht ein Frenkel-Paar. In einem realen Kristall gibt es eine endliche Wahrscheinlichkeit  $P$ , daß unter dem Einfluß der Temperatur eine Leerstelle gebildet und nicht wieder besetzt wird:

$$P \sim \exp\left(\frac{E_V^B}{KT}\right) \quad (2.5)$$

Die Energie  $E_V^B$  ist die Bildungsenergie für Leerstellen. Auch den Zwischengitteratomen wird eine Bildungsenergie  $E_I^B$  zugeordnet. In vielen Materialien ist  $E_I^B > E_V^B$ .

Die Defekte können unter dem Einfluß der Temperatur im Kristall wandern. Für Leerstellen stellt man sich die Wanderung folgendermaßen vor: Ein Nachbaratom springt auf die Leerstelle. Dabei entsteht eine neue Leerstelle am Platz des Nachbaratoms. Diese kann wiederum von einem anderen Nachbaratom aufgefüllt werden u.s.w. Auf diese Weise "wandern" die Leerstellen. Ihnen kann eine Aktivierungsenergie  $E_V^m$  für die Wanderung

## 2.2 DEFEKTE

(Wanderungsenergie) zugeordnet werden. Leerstellen werden in vielen Materialien erst ab Zimmertemperatur beweglich.

Den Transport von Zwischengitteratomen stellt man sich folgendermaßen vor: Entweder springt es zu einem benachbarten nicht besetzten Zwischengitterplatz oder es verdrängt ein Atom von seinem Gitterplatz. Das verdrängte Atom geht auf einen Zwischengitterplatz und kann dann weiter wandern. Die Bewegung erfolgt mit einer Sprungfrequenz  $\nu$  [Kittel 1971, Agullo-Lopez 1988]:

$$\nu = \nu_0 \exp\left(-\frac{E_1^m}{kT}\right) \quad (2.6)$$

wobei  $E_1^m$  die Wanderungsenergie für Zwischengitteratome ist. Die Beweglichkeit von Zwischengitteratomen in Metallen fängt schon bei sehr niedrigen Temperaturen an (20-50 K) [Agullo-Lopez 1988].

Wenn die Konzentration von Punktdefekten groß wird, können sie sich zu ausgedehnten Defekten (Defektcluster, Versetzungen u.s.w) zusammenlagern. Die einfachste Formen von Defektclustern sind Zweifach- ( $C_2$ ) oder Dreifachdefekte ( $C_3$ ) aus Leerstellen oder Zwischengitteratomen.

### 2.2.1 Defekte durch Ionenbeschuß

Durch Stöße von Ionen mit Festkörperatomen wird letzteren Energie übertragen, die ausreichend sein kann, um die Bindungen zu den anderen Festkörperatomen zu brechen, so daß eine Leerstelle bzw. ein Frenkel-Paar gebildet wird. Da ein Projektil eine große Anzahl von Stößen mit Gitteratomen erleben kann, kann die Anzahl der primär verlagerten Atome entsprechend groß sein. Diese primär verlagerten Atome (auch Recoils genannt) können ihrerseits, wenn ihre kinetische Energie ausreicht, weitere Gitteratome verlagern (sogenannte sekundär verlagerte Atome). Verantwortlich für die Verlagerung von Atomen ist in erster Linie die Energie, die durch den nuklearen Energieverlust abgegeben wird.

In einigen Materialien, die lokalisierte Bindungen haben, können Defekte auch durch elektronische Anregung gebildet werden. Dabei werden durch Elektronenanregung die Bindungen zu anderen Atomen gebrochen und eine Umgruppierungen der Gitteratome verursacht. In Metallen wird die Bildung von Defekten durch elektronische Anregung wegen der Delokalisierung der metallischen Bindung nicht beobachtet.

Die Bildung von Defekten durch Ionenimplantation ist ein vielseitiger Prozeß, bei dem mehrere Mechanismen konkurrierend stattfinden: die Bildung einfacher Defekte durch Ionenbeschuß, die Bildung ausgedehnter Defekte aus den einfachen Defekten und die Rekombination. So müssen für die zeitabhängige Beschreibung einer bestimmten Defektsorte (z.B. Punktdefekte) die Bildungs- und Verlustraten aller beteiligten Prozesse berücksichtigt werden [Nelson 1975].

### 2.2.2 Modelle zur Defektbildung durch Ionenbeschuß

Verschiedene Modelle sind entwickelt worden, um die Anzahl der verlagerten Atome abschätzen zu können. Für die Abschätzung der primär verlagerten Atome  $A_p$  kann ein vereinfachtes Bild angenommen werden. Ein Gitteratom verläßt seinen Platz, wenn es beim Stoß mehr als



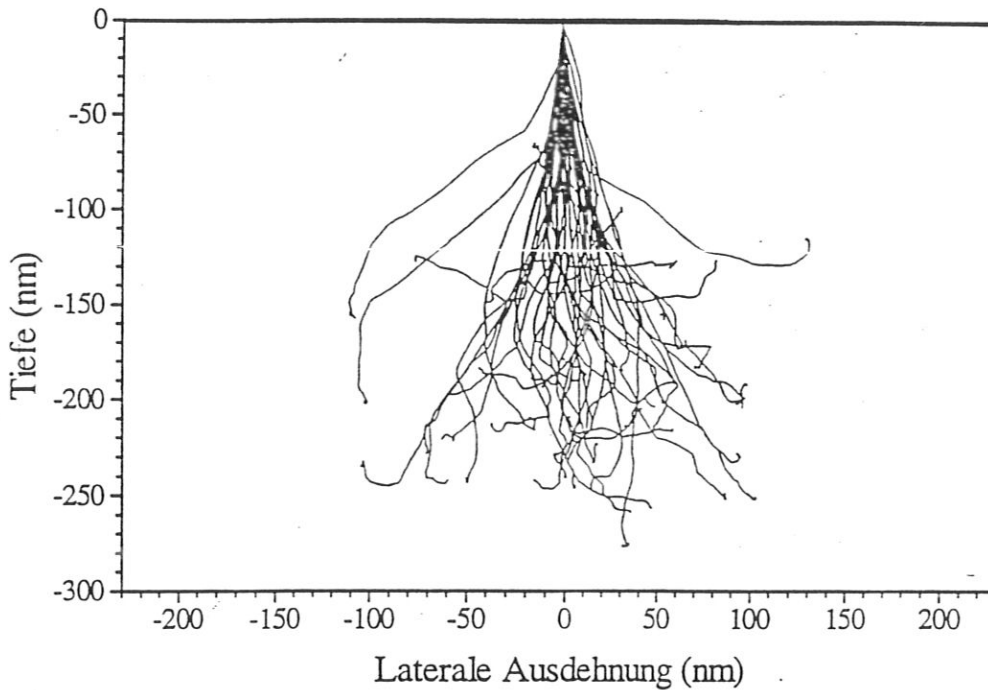


Abb. 2.2 Verlauf der Ionenbahnen für 50 Projektile von 20 keV  $^4\text{He}$  in Kohlenstoff berechnet mit TRIM.SP.

die Schwellenenergie  $E_d$  (auch Verlagerungsenergie genannt) übertragen bekommt. Eine erste Abschätzung von  $E_d$  erhält man aus der Sublimationsenergie [Seitz 1956]. Jung bestimmt  $E_d$  semiempirisch aus der Elastizitätskonstante und dem Atomabstand [Jung 1978].  $E_d$  kann auch experimentell, z.B. aus der Erzeugung von Verlagerungen durch Elektronenbeschuss, bestimmt werden [Eggen 1950]. Die Werte für  $E_d$  liegen für die meisten Elemente zwischen 10 und 40 eV [Eckstein 1991].

Eine Abschätzung der Anzahl der verlagerten Atome  $A_d$ , die durch ein einfallendes Ion erzeugt wird, stammt von Kinchin und Pease [Kinchin 1955]. Unter Verwendung eines realistischen Potentials erhält man [Sigmund 1969a] :

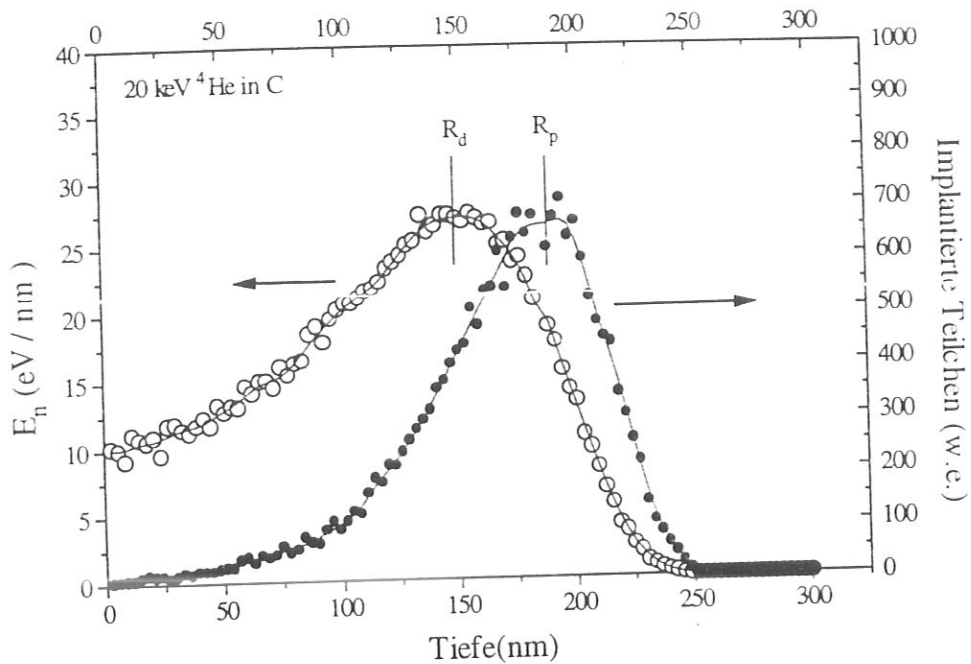
$$A_d = \frac{\xi \cdot E_n}{2E_d}, \quad (2.7)$$

wobei  $E_n$  die gesamte Energie ist, die durch nukleare Energieübertragung abgegeben wird, und  $\xi$  die Schädigungseffizienz. Die Werte für  $\xi$  liegen zwischen 0.8 und 0.9 [Sigmund 1969b, Robinson 1974].

Eine weitere Möglichkeit  $A_d$  zu bestimmen bieten Monte-Carlo-Simulationen der deponierten Energie. Die Berechnung von Ionenbahnen in Festkörpern mittels numerischer Verfahren geht auf Alder und Bredov zurück. Sie ist im Laufe der Zeit verfeinert worden und ist Gegenstand des vor kurzem erschienenen Buches von W.Eckstein [Alder 1957, Bredov 1958, Eckstein 1991].

Das Programm TRIM (TRansport of Ions in Matter) [Biersack 1980, Ziegler 1980] in der modifizierten Version TRIM.SP [Eckstein 1991, Biersack 1984] erlaubt die Berechnung von Ionen-

## 2.2 DEFEKTE



**Abb. 2.3** Tiefenverteilung der implantierten Teilchen und deponierte Energie für 20 keV  $^4\text{He}$  Ionen in Kohlenstoff gerechnet mit TRIM.SP (Simulation über 20000 Teilchen).

auf Alder und Bredov zurück. Sie ist im Laufe der Zeit verfeinert worden und ist Gegenstand des vor kurzem erschienenen Buches von W.Eckstein [Alder 1957, Bredov 1958, Eckstein 1991].

Das Programm TRIM (TRAnsport of Ions in Matter) [Biersack 1980, Ziegler 1980] in der modifizierten Version TRIM.SP [Eckstein 1991, Biersack 1984] erlaubt die Berechnung von Ionenbahnen und der deponierten Energie bis hinunter zu Projektilenergien von einigen zehn eV. Dieses Programm wurde im Laufe dieser Arbeit mehrmals verwendet. Es berechnet die Bahnen eingeschossener Teilchen und deren Stöße mit den Atomen eines amorphen Festkörpers. Als Wechselwirkungspotential wird das Kr-C-Potential verwendet [Wilson 1977]. Für den elektronischen Energieverlust wird ein Mittelwert aus den Energieverlustmodellen von Lindhard-Scharff und Oen-Robinson berechnet. Die Stoßparameter und die Azimutwinkel der Stöße werden durch Zufallszahlen bestimmt. Festkörperatome, denen eine größere Energie als  $E_d$  übertragen wird, werden als dauerhaft verlagert gerechnet. Das Programm speichert die Bahn des Projektils, die Geschichte der primär und sekundär verlagerten Atome und die deponierte Energie, aus denen Tiefenverteilungen berechnet werden.  $E_d$  ist in der Regel nicht genau bekannt und stellt einen der größten Unsicherheitsfaktoren der Simulation dar.

Abb. 2.2 zeigt ein Beispiel für die Bahnen von 50 Helium-Projektilen, die mit einer Energie von 20 keV in Kohlenstoff eingeschossen werden. Abb. 2.3 zeigt die dazugehörigen Tiefenverteilungen der implantierten Teilchen und der deponierten Energie, die durch Simulation mit 20000 Teilchen berechnet wurden. Die Maxima der Tiefenverteilungen der deponierten Energie und der implantierten Teilchen sind mit  $R_d$  bzw.  $R_p$  bezeichnet.

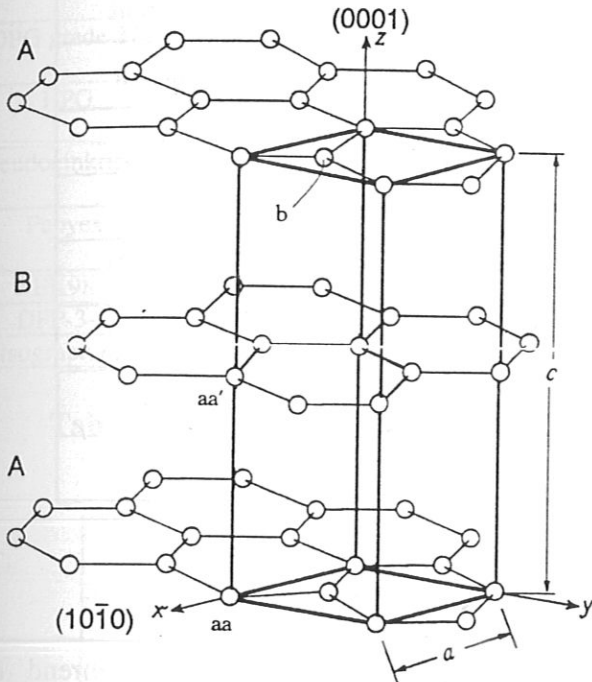


Abb. 2.4 Hexagonale Struktur von Graphit.

## 2.3 Struktur und Eigenschaften von Kohlenstoff und Siliziumkarbid

Im folgenden werden die Struktur und die Eigenschaften der Materialien beschrieben, die für die Untersuchungen verwendet werden. Die Beschreibung von Graphit ist ausführlicher als die von Diamant oder Siliziumkarbid, weil die Wechselwirkung von Helium und Wasserstoff mit Graphit genauer untersucht worden ist.

### 2.3.1. Graphit

#### Struktur

Die ideale hexagonale Struktur von Graphit ist in Abb. 2.4 dargestellt. Sie besteht aus Lagen, in welchen die Kohlenstoffatome in einem hexagonalem Netz angeordnet sind, so daß die Atome **aa** und **aa'** in den Ebenen A und B senkrecht übereinander liegen während das Atom **b** über einem nicht besetzten Platz der Nachbarlage liegt. Die Lagen können also nicht durch Verschiebung senkrecht zu den Ebenen auseinander hervorgehen. Daraus ergibt sich die Stapelfolge ABAB. Jedes Kohlenstoffatom besitzt starke Bindungen zu drei anderen Kohlenstoffatomen in der gleichen Ebene durch die Orbitale  $2_s$ ,  $2_{px}$  und  $2_{py}$ . Das Elektronenorbital  $2_{pz}$  bildet eine schwache interplanare Bindung und ist für die semimetallischen elektrischen Eigenschaften von Graphit verantwortlich. Diese Orbitalkonfiguration wird mit  $sp^2$  bezeichnet.

### 2.3.1 STRUKTUR UND EIGENSCHAFTEN: GRAPHIT

	Graphit		Diamant
Gitterstruktur	Hexagonal		Kubisch
	a-Achse	c-Achse	a
Gitterkonstanten (Å)	2.462	6.708	3.567
Atomdichte N (g/cm <sup>3</sup> )	1.138·10 <sup>23</sup>		1.77·10 <sup>23</sup>
Debye-Temperatur (K)	2500	950	1860
Schmelztemperatur (K)	4200		4500
Verlagerungsenergie E <sub>d</sub> (eV)	25		35-80

Tab. 2.1 Eigenschaften von Graphit und Diamant.

Der Abstand zwischen nächsten Nachbarn in der Ebene ist 1.421 Å während der Ebenenabstand 3.3539 Å beträgt. Daraus ergibt sich eine Einheitszelle mit Seitenlänge  $a = 2.462$  Å und Höhe  $c = 6.708$  Å. Die Dichte von idealem Graphit ist  $2.26 \text{ g/cm}^3$  entsprechend einer Flächendichte von  $1.13 \cdot 10^{15} \text{ At/cm}^2$ . Die Eigenschaften von Graphit sind in Tabelle 2.1 zusammengefaßt.

Graphit wird auch in rhomboedrischer Struktur als  $\beta$ -Graphit beobachtet, wenn er unter äußerem Druck steht [Kelly 1981]. Dabei ist die Stapelfolge der Schichtebenen ABCABC. Diese Struktur kann als eine Defektstruktur angesehen werden [Kelly 1981]. Sie ist bei künstlichem Graphit, der in den Messungen ausschließlich verwendet wurde, nicht vorhanden und wird deswegen hier nicht weiter behandelt [Gmelin 1968].

Natürlicher Graphit wird in kristalliner Form nur in wenigen Fundstellen auf der Welt als Lamellen (*graphite flakes*) gefunden wie z.B. in Madagaskar oder in Ticonderoga im Staat New York, USA. Die natürlichen Lamellen können mehrere Millimeter lang und bis zu einige zehntel Millimeter dick sein.

Für Untersuchungen an Graphitkristallen werden in der Regel synthetische Kishgraphite oder hochorientierter pyrolytischer Graphit (HOPG) verwendet. Kishgraphit wird an Eisenschmelzen mit hohem Kohlenstoffgehalt gebildet. Er hat Kristallgrößen bis zu einigen zehn Millimeter Länge und kleinere Defektkonzentrationen als natürliche Lamellen [Austermann 1968]. Hochorientierter pyrolytischer Graphit ist ein Material mit hoher Reinheit, welches durch Pyrolyse von Kohlenwasserstoffen oberhalb von 2000 °C und anschließende thermische Behandlung oberhalb von 3300 °C hergestellt wird [More 1973]. Er ist polykristallin. Die Kristallite haben Durchmesser bis zu 10 µm und Dicken bis zu 0.1 µm. Die c-Achsen der Kristallite bilden eine nahezu gaußförmige Verteilung um eine Vorzugsrichtung. Die Verteilung wird durch einen mittleren Winkelfehler, die Mosaikbreite, charakterisiert. Sie liegt je nach Herstellungsverfahren zwischen 0.4° und 2°. Die HOPG-Proben, die in den Experimenten dieser Arbeit verwendet wurden, haben typische Mosaikbreiten von 0.4° [Schumacher].

### 2.3.1 STRUKTUR UND EIGENSCHAFTEN: GRAPHIT

Name	Hersteller	Dichte (g/cm <sup>3</sup> )	Typ	Korngröße (µm)	Kristallitgröße (µm)	Mosaikbreite (Grad)
HOPG grade ZYA	Union Carbide	2.26	Anisotrop		~10	0.4 ± 0.1
HPG	Union Carbide	2.18	Anisotrop		5-50 nm	20
Pseudoeinkristall	Le Carbone Lorraine	2.255-2.266	Anisotrop		-	0.4
Papyex	Le Carbone Lorraine	1.1	Isotrop		-	-
EK98	Ringsdorff	1.85	Isotrop	~ 25 µm	-	-
DFP-3-2	POCO	1.84	Isotrop	<25	-	-
Isograph 88	Toyo Tanso	1.90	Isotrop	5-10	-	-

Tab. 2.2 Übersicht von Eigenschaften verschiedener Graphitmodifikationen.

	Zwischengitteratome	Leerstelle
$E^B$	7.0 ± 1.5 (eV)	7.0 ± 0.5 (eV)
$E_{//a}^m$	< 0.1	3.1 ± 0.2
$E_{//c}^m$	> 5	> 5.5

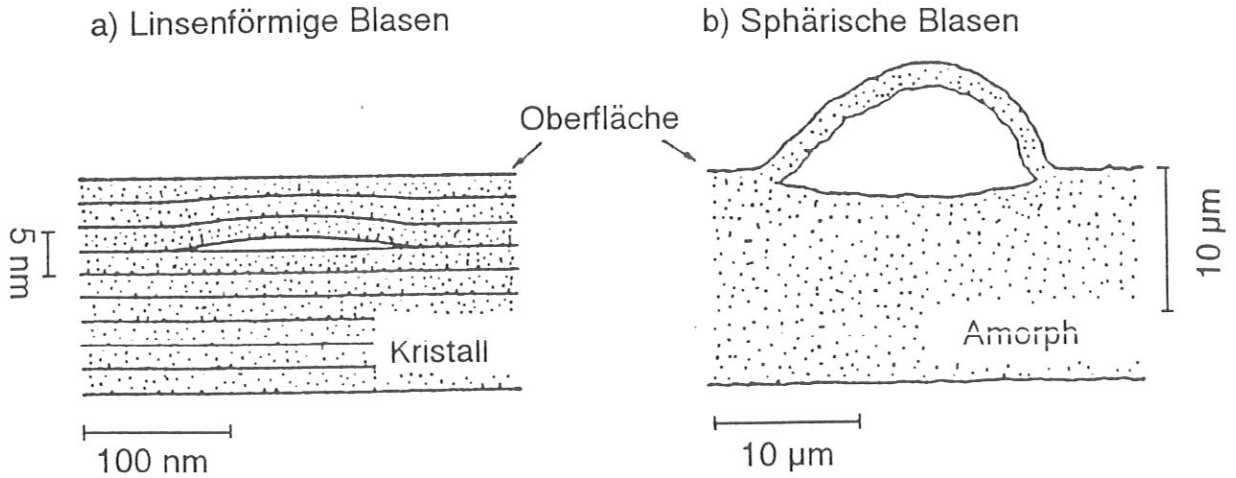
Tab. 2.3 Bildungs- und Wanderungsenergien ( $E^B$  und  $E^m$ ) von Defekten in Graphit [Thrower 1978].

Außer natürlichen Graphiteinkristallen und hochorientierten Polykristallen gibt es andere künstlich hergestellte Modifikationen von Graphit mit hoher Reinheit. Tabelle 2.2 gibt eine Übersicht der Eigenschaften von Graphitmodifikationen, die häufig benutzt werden. Darunter befindet sich auch EK98, ein feinkörniger, isostatisch gepresster Graphit (Korngröße ~ 25 µm), der auch in dieser Arbeit verwendet wurde.

## Defekte

Bei den Defekten muß zwischen den im Ausgangsmaterialien vorhandenen und den bestrahlungsinduzierten Defekten unterschieden werden.

Bei hohen Temperaturen bilden sich Punktdefekte im thermischen Gleichgewicht. Die Bildungs- und Wanderungsenergien für Leerstellen und Zwischengitteratome sind von Thrower und Mayer zusammengefaßt worden [Thrower 1978]; sie sind in Tabelle 2.3 angegeben. Während die Bildungsenergien für Leerstellen und Zwischengitteratome etwa gleich groß sind, unterscheiden sich die Wanderungsenergien erheblich. Die Graphitstruktur führt zu unterschiedlichen Wanderungsenergien parallel und senkrecht zu den Gitterebenen. Die Bildung und die Eigenschaften von interstitiellen Clustern sind von mehreren Autoren untersucht worden [Goggin 1963, Harker 1967, Iwata 1966, Reynolds 1960]. Danach werden Cluster aus zwei oder drei Punktdefekten oberhalb von 200 K gebildet. Oberhalb von 500 K lagern sie sich an größere Cluster und Versetzungsringe an.



**Abb. 2.5** Schematische Darstellung von a) linsenförmigen und b) sphärischen Blasen, nach [Niwase 1988].

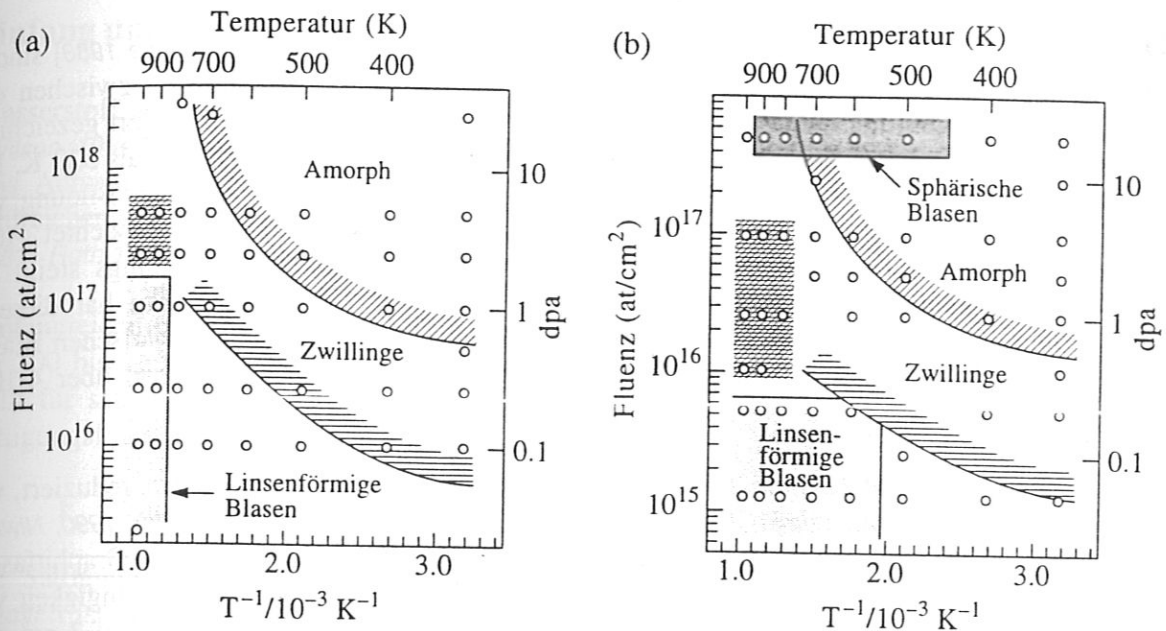
Außer als Versetzungen treten ausgedehnte Defekte in Graphit als Tilt- und Twistgrenzen auf. Die Versetzungsstrukturen sind in mehreren Arbeiten untersucht worden [Williamson 1960, Baker 1961, Amelinckx 1966]. Sie kommen häufig in Paaren, als Zwillinge vor. Freise und Kelly haben die Zwillingsbildung durch die gegeneinander ausgeführte Rotation von zwei Kristalliten um  $20^\circ 48'$  um die  $\langle 1\bar{1}00 \rangle$  Achse erklärt [Freise 1963]. Die ursprüngliche Versetzung spaltet sich dabei in zwei Versetzungen auf, zwischen denen sich eine Region mit rhomboedrischen Stapelfolge ABCABC bildet.

Über die Änderung von Graphiteigenschaften durch Neutronen- und Elektronenbeschuß gibt es zahlreiche Arbeiten, die von Kelly, Simmons und Reynolds zusammengefaßt wurden [Kelly 1981, Simmons 1965, Reynolds 1968]. Dabei wird die Bildung von Punktdefekten und von ausgedehnten Defekten beobachtet [Bollman 1964]. Häufig wird die Bildung von Versetzungen beobachtet, die nicht in den Graphitebenen liegen. Dabei handelt es sich um Versetzungsringe mit hexagonaler oder ringförmiger Basis [Thrower 1969]. Durch den Beschuß erfolgt anisotropes Schwellen des Graphit. Dabei dehnt sich das Material senkrecht zu den Ebenen und schrumpft parallel dazu.

Das thermische Ausheilen von neutroneninduzierten Schäden wird von Iwata et al. folgendermaßen beschrieben [Iwata 1963, Iwata 1971, Iwata 1975, Iwata 1976]: Die  $C_2$ -Cluster, die sich aus Punktdefekten bei 120-400 K bilden, lagern sich bei 400-900 K zu interstitiellen Versetzungsringen an. Oberhalb von 900 K sind nur interstitielle Versetzungsringe und Leerstellen vorhanden. Diese können erst oberhalb von 1300 K ausheilen, wenn die Leerstellen beweglich werden.

### Ionenbeschuß

Bei der Defektbildung durch Ionenbeschuß treten zusätzliche Komplikationen durch die Bildung von Fremdatomdefekten auf. Eine systematische Untersuchung der Struktur von Defekten und der Amorphisierung von Graphit (HOPG) durch Helium und Deuteriumbeschuß bei 300-770 K haben K. Niwase und Mitarbeiter durchgeführt [Niwase 1988, Niwase 1991]. Die Energie der implantierten Ionen war 25 keV für beide Ionensorten. Unter Ionenbeschuß wird zunächst die Bildung von Defektclustern beobachtet. Ihre Anzahl nimmt mit der Implantations-



**Abb. 2.6** Fluenz- und Temperaturbedingungen für die Bildung von Defekte in HOPG durch Ionenbeschuss [Niwase 1988]: a) 25 keV D, b) 25 keV He.

temperatur ab, während ihre Größe zunimmt. Mit zunehmender Fluenz wird bei allen Temperaturen bis 770 K graduelle Amorphisierung beobachtet. Dabei werden keine Unterschiede zwischen D- und He-Beschuss gefunden. Daraus schließen die Autoren, daß die Amorphisierung im wesentlichen durch die deponierte Energie bestimmt wird. Bei der Implantation von Helium in HPG beobachtet Chernikov dagegen bei 300 K keine vollständige Amorphisierung bis zu Fluenzen von  $\sim 10^{19}$  He/cm<sup>2</sup> [Chernikov 1994]. An der Oberfläche beobachten Niwase et al. die Bildung von Zwillingsnetzwerklinien, die ihren Ursprung in Zwillingsversetzungen haben. Sie werden im Inneren des Materials durch den Ionenbeschuss gebildet. Die Bildung von Zwillingen durch He- und D-Beschuss wird auch von anderen Autoren beobachtet. Ihre Konzentration variiert für eine gegebene Fluenz zwischen 300 K und 1000 K nur wenig mit der Implantationstemperatur [Masey 1966, Bacon 1980, Bacon 1981]. Viele der von Niwase beobachteten Zwillinge entsprechen Rotationen von 60° um die  $\langle 1\bar{1}00 \rangle$  Achse [Niwase 1988] statt der von Kelly beobachteten 20°48' [Kelly 1981].

Bei der Implantation von Deuterium und Helium mit Fluenzen von  $10^{16}$  bis  $10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup> bei 25 keV entstehen linsenförmige Blasen von etwa 1 µm Durchmesser und 10 nm Höhe [Niwase 1988]. Sie sind schematisch in Abb. 2.5 dargestellt. Bei sehr hohen Heliumfluenzen, für welche Graphit amorphisiert, wird bei Temperaturen von 570-770 K die Bildung von sphärischen Blasen beobachtet. Diese treten bei Deuteriumbeschuss nicht auf. Sie führen auch zu Blistering. Bei diesen hohen Heliumfluenzen ist die Oberfläche mit sphärischen Blasen bedeckt, während die Zwillingsnetzwerklinien verschwinden. Die Bildung von Blistern oberhalb von 600 K wurde auch von Bacon beobachtet [Bacon 1980, Bacon 1981]. Im Gegensatz zu Niwase findet Chernikov bei der Implantation von Helium in dicken HPG Proben bei 300 K nur die Bildung von sphärischen Blasen, die bereits bei Fluenzen um  $10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> entstehen [Chernikov 1994].

Nach Niwase et al. sind die im TEM beobachteten Defektstrukturen in drei Gruppen einzuordnen:

- 1) Linsenförmige Blasen (*lenticular openings*)
- 2) Zwillingsnetzwerke
- 3) Sphärische Blasen bzw. Blister (nur für He-Beschuss).

### 2.3.1 STRUKTUR UND EIGENSCHAFTEN: GRAPHIT

Die Fluenz- und Temperaturbedingungen für die Bildung dieser Defekte [Niwase 1988] sind in Abb. 2.6a und 2.6b für Deuterium und für Helium dargestellt. Die Grenzen zwischen den verschiedenen Strukturbereichen sind nicht scharf und wurden deswegen schattiert gezeichnet. Linsenförmige Blasen bilden sich bei kleinen Fluenzen und Temperaturen höher als 520 K. Für mittlere Fluenzen,  $10^{16}$ - $10^{17}/\text{cm}^2$  für D und  $10^{15}$ - $10^{16} /\text{cm}^2$  für He, wird die Bildung von Zwillingsnetzwerken über den gesamten Temperaturbereich von 400-1000 K beobachtet. Auch die Amorphisierung wird im gesamten Temperaturbereich beobachtet, allerdings steigt die Fluenz mit steigender Temperatur. Die kritische Fluenz für Zwillingsbildung hat dieselbe Temperaturabhängigkeit wie die für die Amorphisierung. Die Bildung von sphärischen Blasen wird Niwase et al. zufolge nur für Temperaturen über 430 K und Fluenzen über  $4 \cdot 10^{17} \text{ He}/\text{cm}^2$  beobachtet.

Durch Ionenbeschuss von Graphit wird die Kristallitgröße  $L_a$  entlang der Ebenen reduziert, wie die Arbeiten von Ashida [Ashida 1986], Gotoh [Gotoh 1989] und Niwase [Niwase 1990, Niwase 1992b] mit TEM und Laser Ramanspektroskopie zeigen. Gotoh beobachtet in Graphitfasern eine kontinuierliche Abnahme von  $L_a$ . Niwase beobachtet zwei Regime in Abhängigkeit von der Implantationstemperatur. Unterhalb von 470 K tritt eine schnelle Abnahme auf 3 nm auf, während für höhere Temperaturen dieser Vorgang langsamer abläuft. Die Spaltung von Kristalliten und ihre Kippung um etwa  $1^\circ$  unter D-Beschuss wurde durch Elektronengitterführung beobachtet [Siegele 1993]. Die Abnahme von  $L_a$  ist nicht unbedingt die Ursache für die Amorphisierung. Bei  $L_a=3$  nm zeigt das das Elektronenbeugungsbild noch eine intakte Kristallstruktur [Niwase 1990].

Bei hochenergetischem Ionenbeschuss mit Argon-, Neon- und Heliumionen von 450 keV bis 2 MeV beobachtet Kazumata das Abblättern von größeren Flächen [Kazumata 1977]. Als Mechanismus des Abblätterns schlagen EerNisse und Hall die Erzeugung von Spannungen durch das Schwellen des Graphits vor [EerNisse 1977, Hall 1976]. Im Gegensatz dazu zeigen Rechnungen von Higashida und Kamada, daß Spannungen durch in Blasen aufgesammeltes Gas ausreichen, um die Oberfläche zu zerreißen [Higashida 1978, Kamada 1978].

Das thermische Ausheilen von ioneninduzierten Schäden wird von Elman und Venkatesan [Elman 1984b, Venkatesan 1984a, Elman 1984c, Elman 1985] als ein Zwei-Stufen-Prozeß beschrieben: Beim Aufheizen zwischen 1770K und 2570 K tritt zweidimensionale Ordnung ein, während eine dreidimensionale Ordnung erst oberhalb von 2570 K einsetzt. Oberhalb dieser Temperatur werden alle Schäden vollständig ausgeheilt. Dieses wurde auch von Roth für wasserstoffinduzierte Schäden in HOPG beobachtet [Roth 1988]: Unterhalb von 2300 K liegt die Aktivierungsenergie für die Erholung des Materials zwischen 0.15-0.2 eV, oberhalb davon bei 1-1.2 eV. In diesem Fall wird die vollständige Erholung des Materials bei 3300 K beobachtet.

Ausheilen bei niedrigeren Temperaturen (570-1370 K) wird dann beobachtet, wenn die dreidimensionale Ordnung nicht völlig zerstört ist. Dies wurde von Venkatesan bei der Implantation von HOPG mit C und As beobachtet [Venkatesan 1984a, Venkatesan 1984b]. Ein ähnliches Verhalten wird auch für die Implantation von Wasserstoff in HOPG beobachtet [Roth 1988, Siegele 1991].



## Einfang und Desorption von Deuterium und Helium

Wasserstoff hat bei 300 K nur eine geringe Löslichkeit von etwa  $10^{16}$  H/cm<sup>3</sup> in Graphit [Wilson 1984]). Größere Konzentrationen können durch Ionenimplantation erreicht werden. Das Aufsammeln von Wasserstoff in Graphit durch Ionenimplantation ist Gegenstand von zahlreichen Untersuchungen [Erents 1976a, Erents 1976b, Thomas 1976, Langley 1978, Doyle 1981, Roth 1980, Staudenmaier 1979, Davis 1991, Franzen 1992].

Umfangreiche Untersuchungen in Papyex-Graphit wurden bei 300 K von Staudenmaier und bei 300 bis 1300 K von Braun durchgeführt [Staudenmaier 1979, Braun 1984]. Staudenmaier stellt für senkrechten Einfall und Energien über 1 keV vollständiges Aufsammeln fest. Die Sättigungsfluenz ist gegeben durch die empirische Gleichung:

$$F_{\text{sat}} \left[ \frac{\text{D}}{\text{cm}^2} \right] = 3.5 \cdot 10^{14} E^{0.9} (\text{eV}) \quad (2.8)$$

Die Sättigungsfluenz hängt von der Implantationsenergie ab. Die Sättigungskonzentration dagegen ist energieunabhängig und beträgt bei 300 K 0.4-0.5 Wasserstoffatome pro Kohlenstoffatom.

Aus thermischen Desorptionsexperimenten wird eine Aktivierungsenergie von 2.0-4.3 eV bestimmt, die gut mit der Energie der C-H Bindung übereinstimmt [Erents 1976b, Causey 1979, Causey 1986, Gotoh 1984]. Daraus wird geschlossen, daß implantierter Wasserstoff in Graphit an Kohlenstoff chemisch gebunden ist. Die chemische Bindung an Kohlenstoff wurde mit XPS bestätigt [Ashida 1982, Ashida 1983]; dabei wurden mindestens zwei verschiedene Bindungsformen zwischen Wasserstoff und Kohlenstoff festgestellt. Einfang und Desorption hängen von der Diffusion ab. Wasserstoff diffundiert erst bei hohen Temperaturen durch die Graphitkörner und nur in sehr kleinen Konzentrationen entlang Korngrenzen und Poren.

Der Einfluß von Strahlenschäden auf das Aufsammeln von Wasserstoff in Graphit war auch Gegenstand mehrerer Untersuchungen [Sone 1982, Scherzer 1982, Wampler 1990]. Siegele hat den Zusammenhang zwischen Strahlenschäden und D-Einfang in HOPG bei 300-773 K untersucht [Siegele 1991, Siegele 1993]. Bei der Implantation von Deuterium mit 8 keV parallel zur c-Achse zeigt das Aufsammeln einen linearen Bereich und einen Sättigungsbereich. Im linearen Bereich wird der Wasserstoff vollständig aufgesammelt. Die Fluenz, bei der die Sättigung eintritt, sowie die Sättigungskonzentration des Wasserstoffs hängen stark von der Targettemperatur ab. Die Sättigungskonzentration variiert zwischen 0.45 D/C bei 300 K und 0.09 D/C bei 773 K.

Anders als Wasserstoff ist Helium schon bei relativ niedrigen Temperaturen parallel zu den Graphitebenen beweglich [Jung 1991, Jung 1992]. Diffusion senkrecht zu den Ebenen wurde nicht beobachtet. Der Einfang von Helium in Graphit ist in mehreren Arbeiten untersucht worden [Thomas 1976, Langley 1978, Möller 1982, Saidoh 1981]. Dabei wurden polykristalline und feinkörnige Graphite sowie amorphe Kohlenstoffe untersucht. In den Arbeiten von Langley wird die Aufsammelwahrscheinlichkeit in HPG bei 300 K bei Beschuß mit 8 keV He parallel zu den Ebenen gemessen. Die Aufsammelwahrscheinlichkeit liegt bei einer Fluenz von  $5 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> unter 50%. Die Werte für hohe Fluenzen sind deutlich kleiner, z. B. 3% bei  $10^{18}$  He/cm<sup>2</sup>.

Die Aufsammelwahrscheinlichkeit hängt vom Ausgangszustand der Oberfläche und von der Orientierung des Graphits ab [Saidoh 1981]. Nichtpolierte Oberflächen haben bei gleichen Bedingungen eine kleinere Aufsammelwahrscheinlichkeit als polierte. Bei flächenorientierten Proben von PG-A Graphit, der mit 200 keV He implantiert wird, setzt die Reemission bei

### 2.3.2 STRUKTUR UND EIGENSCHAFTEN DIAMANT

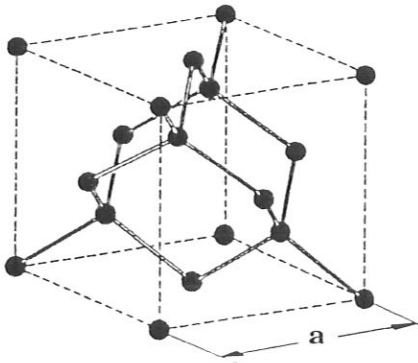


Abb. 2.7 Kubische Diamantstruktur

$2 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> ein. Sie nimmt mit der Fluenz langsam zu und bei  $8 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> werden Gasausbrüche beobachtet. Für kantenorientierte Proben steigt die Reemission bei  $2.5 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> stark an und bei  $4 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> wird schon die Sättigung erreicht. Isotrope Graphite zeigen, ausgenommen die Gasausbrüche, dasselbe Reemissionsverhalten wie flächenorientierte Graphite.

Möller et al. haben das Aufsammeln von Helium in kantenorientiertem Graphit untersucht [Möller 1982]. Sie finden bei der Implantation von 8 keV Helium in HPG bei 290 K zwei Minima der Reemission bei  $1.5$  und  $8 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup>. Diese Minima werden durch die Bildung von zwei verschiedenen Arten von Einfangszentren (*traps*) während des Beschusses erklärt. Bisher ist das Aufsammeln von kleinen Heliumfluenzen in flächenorientiertem Graphit nicht untersucht worden.

Die thermische Desorption von Helium, das mit Fluenzen  $>5 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> in kantenorientierten polykristallinen Graphit implantiert wurde, setzt bei etwa 370 K ein. Bei 670 K wird das gesamte Helium desorbiert [Langley 1978, Möller 1982, Atsumi 1985, Atsumi 1986]. In kantenorientiertem HPG, der mit 8 keV He-Ionen implantiert wurde, wird dieses Desorptionsverhalten bereits für eine Implantationsfluenz von  $4.5 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> beobachtet. Die Desorption aus flächenorientiertem Graphit ist dagegen bisher nicht untersucht worden.

## 2.3.2. Diamant

### Struktur und Eigenschaften

Diamant ist ein isotroper kubischer Halbleiter mit einer breiten Bandlücke von 5.47 eV. Er ist das härteste bekannte Material und auch der Festkörper mit der größten atomaren Dichte von  $1.77 \cdot 10^{23}$  Atomen/cm<sup>3</sup>. Er zeigt auch die größte Wärmeleitfähigkeit und die höchste Schmelztemperatur aller Festkörper [Dresselhaus 1988].

Die ideale Diamantstruktur ist in Abb. 2.7 dargestellt. Sie ist eine der am besten untersuchten Festkörperstrukturen. Silizium, Siliziumkarbid und viele andere Halbleitermaterialien haben die gleiche Struktur oder die nahe verwandte Zinkblendestruktur. Kohlenstoff ist in Diamant tetrahedrisch über sp<sup>3</sup>-Bindungen an vier Nachbaratome gebunden. Die Einheitszelle hat eine Länge  $a=3.567$  Å. Die Diamantstruktur kann man sich auch als zwei fcc-Strukturen vorstellen, die um  $0,25a$  entlang der Diagonalen gegeneinander verschoben sind. Die Bindungslänge in Diamant ist mit  $1.544$  Å etwa 10 % größer als in Graphit.

In Asteroiden wurde Diamant auch in hexagonaler Form gefunden [Hannemann 1967]. Diese Modifikation kann auch künstlich hergestellt werden, allerdings gibt es keine konkreten Hinweise auf die Anwesenheit dieser Struktur in dem auf der Erde gefundenen oder in ionenimplantiertem Diamant.

Verunreinigungen spielen in Diamant eine wichtige Rolle, da sie seine Eigenschaften stark beeinflussen. Die besten natürlichen Diamante enthalten etwa 10 ppm Verunreinigungen. Diese bestehen häufig aus Bor und Stickstoff. Bisher sind mindestens fünfundzwanzig Elemente als Verunreinigungen in natürlichem Diamant gefunden worden [Harris 1968]. Alle natürlichen Diamanten enthalten Wasserstoff in Konzentrationen zwischen 500 und 3600 ppm [Sellshop 1992]. Ein großer Teil davon ist vermutlich Wasser, während ein kleiner Anteil in C-H-Bindungen nachweisbar ist.

Diamant wird aus historischen Gründen aufgrund seiner optischen Eigenschaften klassifiziert. Der Typ Ia besitzt eine starke Absorption im Infraroten. Diese wird hauptsächlich durch die Verunreinigung mit etwa 0.1% Stickstoff verursacht, der entweder inhomogen oder in kleinen Agglomeraten verteilt ist. Der größte Teil der natürlichen Diamanten gehört zu dieser Gruppe. Diamanten der Gruppe IIa besitzen hohe Reinheit, sind bis ins Infrarote durchsichtig und zeigen intrinsische Halbleitereigenschaften mit der Bandlücke 5.47 eV. Natürliche Diamanten der Gruppe IIb sind mit Bor dotiert und zeigen die Eigenschaften eines p-Typ-Halbleiters. Künstliche Diamanten, die unter hoher Temperatur und hohem Druck hergestellt werden, besitzen ähnliche Eigenschaften wie natürliche Diamanten. Die Diamanten, die in dieser Arbeit benutzt werden, gehören zur Gruppe IIa .

Wenn Diamant auf hohe Temperaturen aufgeheizt wird, können  $sp^3$ -Bindungen gebrochen werden und ein Übergang zur Graphitstruktur findet statt. Im Vakuum oder in einer inerten Atmosphäre fängt die Graphitisierung bei 1800 K an und die Graphitisierungsrate steigt schnell mit der Temperatur [Evans 1964]. Unter Einfluß einer Sauerstoffatmosphäre wird die Graphitisierung bereits bei etwa 900 K beobachtet. Die wichtigsten Eigenschaften und Parameter von Diamant sind in Tabelle 2.1 zusammengestellt.

### Defekte

In einigen Diamanten des Typs Ia werden sogenannten Platelets beobachtet [Caticha-Ellis 1958, Frank 1964, Barry 1991]. Diese Defekte haben eine zusätzliche Ebene zwischen zwei {100} Ebenen, so daß das Gitter senkrecht dazu verzerrt ist. Die Platelets haben einen typischen Durchmesser von 10-100 nm, es werden jedoch auch größere bis zu 50  $\mu\text{m}$  Durchmesser gefunden.

Die Änderung der Eigenschaften von Diamant durch die Implantation von Ionen ist von Dresselhaus und Kalish beschrieben worden [Dresselhaus 1992]. Wie in Graphit wird ioneninduziertes Schwellen beobachtet [Prins 1986, Maby 1981]. Dieses hat in Diamant eine starke Temperaturabhängigkeit: Je höher die Temperatur ist, desto geringer ist das Schwellen bei gleicher Fluenz. Maby erklärt das Schwellen dadurch, daß durch den Ionenbeschuß der Diamant graphitisiert, und das Schwellen sich aus dem Dichteunterschied zwischen Diamant ( $3.515 \text{ g/cm}^3$ ) und Graphit ( $2.26 \text{ g/cm}^3$ ) ergibt.

Prins et al. finden die Ursache des Schwellens in der räumlichen Verteilung von Leerstellen und Zwischengitteratome [Prins 1986]. Die Zwischengitteratome sind bei 320 K beweglich, während die Leerstellen erst oberhalb von 770 K beweglich werden. Bei 320 - 770 K verlassen die Zwischengitteratome die geschädigte Zone, während die Leerstellen unbeweglich bleiben.

## 2.3.2 STRUKTUR UND EIGENSCHAFTEN DIAMANT

Dadurch verursachen sie ein stärkeres Schwellen als bei 77 K. Oberhalb von 770 K sind Zwischengitteratome und Leerstellen beweglich, so daß kein Schwellen beobachtet wird.

Durch Elektronenspinresonanz (ESR) an Diamant, der mit Antimon und Stickstoff bei kleinen Fluenzen ( $5 \cdot 10^{13}$  Sb/cm<sup>2</sup> und  $5 \cdot 10^{14}$  N/cm<sup>2</sup>) implantiert wurde, findet man die Bildung von Punktdefekten, da isolierte Diamantbindungen gebrochen werden [Braunstein 1980, Teicher 1982]. Bei höheren Fluenzen ( $>5 \cdot 10^{15}$  für Sb/cm<sup>2</sup> und  $>10^{16}$  N/cm<sup>2</sup>) bilden sich graphitische sp<sup>2</sup> Bindungen. Derselbe Effekt wird von Hoffman mit Sekundärelektronenspektroskopie (SEE) bei der Implantation von Argon in Diamant beobachtet [Hoffman 1991a, Hoffman 1991b].

Die Strukturänderung von Diamant unter Ionenbeschuß mit 40 keV Ar wurde von Vavilov und Miyamoto mit RHEED (*reflection high energy electron diffraction*) untersucht [Vavilov 1979, Miyamoto 1989]. Bei kleinen Fluenzen, für welche die Bildung von Punktdefekten angenommen wird, bilden sich kleine Cluster von 2-6 Å Dicke in einer Tiefe von etwa 100 Å. Bei mittleren Fluenzen bilden sich etwa 1000 Å große, leicht fehlorientierte "Diamantblöcke" sowie Zwillinge. Für sehr hohe Fluenzen wird Graphitisierung gefunden. Dabei besteht die implantierte Tiefe aus kleinen leicht fehlorientierten Graphitkristallen mit den mittleren Längen  $L_a \sim 100 \text{Å}$  und  $L_c \sim 30 \text{Å}$ . Eine systematische Charakterisierung der Defekte, die durch die Implantation von Wasserstoff und Helium entstehen, liegt nicht vor. Die Amorphisierung von Diamant durch 5 keV Wasserstoff bei 300 K ist mittels TEM untersucht worden [Kushita 1992]. Sie setzt bei  $5 \cdot 10^{16}$  H/cm<sup>2</sup> ein und wird bei  $3 \cdot 10^{17}$  H/cm<sup>2</sup> vollendet. Bei der Implantation von 30 keV Helium bei 300 K mit Fluenzen um  $10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> werden Heliumblasen mit Durchmessern zwischen 30 Å und 50 Å beobachtet [Griffioen 1986]

Das thermische Ausheilen von Ioneninduzierten Defekten ist in mehreren Arbeiten untersucht worden [Braunstein 1983, Braunstein 1980, Liu 1990]. Braunstein hat Diamantproben mit 350 keV Sb implantiert und gezeigt, daß für eine Fluenz von  $10^{14}$  Sb/cm<sup>2</sup> eine völlige Rekristallisation bei einer Ausheiltemperatur von 1320 K erreicht wird, während für eine Fluenz von  $1.8 \cdot 10^{14}$  Sb/cm<sup>2</sup> bei 1320 K nur ein Teil der Defekte ausgeheilt und eine dünne graphitische Schicht zurückgelassen wird. Für hohe Fluenzen von  $>2.3 \cdot 10^{14}$  Sb/cm<sup>2</sup> wird bei dieser Temperatur kein Ausheilen beobachtet. Für die Implantation von kleinen Fluenzen bei 77 K findet Liu vollkommenes Ausheilen schon bei 1270 K. Untersuchungen über das thermische Ausheilen von wasserstoff- oder heliuminduzierten Defekten liegen nicht vor.

Ioneninduziertes Ausheilen von Defekten bei Beschuß mit He- und H-Ionen von 2.3 MeV bzw. 320 keV hat Adel gefunden [Adel 1986]. Die Beobachtungen wurden an Diamantproben gemacht, die mit Sb implantiert waren. Dabei wurde festgestellt, daß die nuklearen Stöße und nicht die elektronische Wechselwirkung für den Ausheileffekt verantwortlich sind.

Untersuchungen über das Aufsammeln und die Desorption von Helium und Wasserstoff in Diamant wurden bisher nicht durchgeführt.

## 2.3.3. Siliziumkarbid

### Struktur und Eigenschaften

Siliziumkarbid ist ein farbloser Kristall, von dem es bis zu 170 Gitterstrukturen gibt. Die kubische Modifikation, die auch  $\beta$ -SiC genannt wird, hat eine Einheitszelle mit der Kantenlänge  $a=4.36 \text{Å}$  und Abstände zwischen den nächsten Nachbarn von  $1.89 \text{Å}$ . Sie wird in

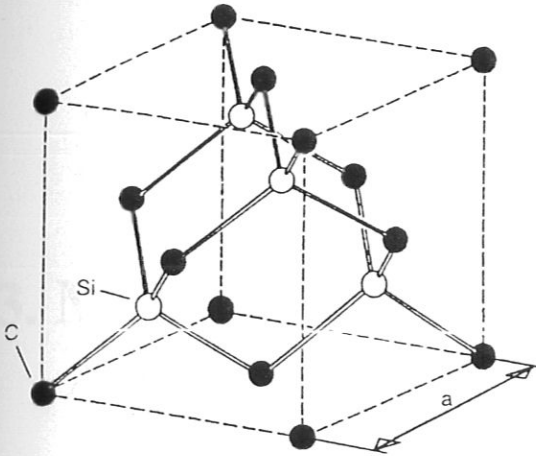


Abb. 2.8 Die kubische Struktur von SiC.

Abb. 2.8 dargestellt. Die rhomboedrischen Modifikationen 15R, 21R, ... und die hexagonalen Modifikationen 2H, 4H, 6H, ... werden als  $\alpha$ -SiC bezeichnet. Die hexagonale Struktur hat die Gitterkonstanten  $a=3.25 \text{ \AA}$  und  $c=5.21 \text{ \AA}$ . Eine Übersicht der verschiedenen Modifikationen ist bei Wyckoff bzw. Gmelin zu finden [Wyckoff 1963, Gmelin 1984]. Alle SiC-Proben die im Laufe dieser Arbeit verwendet wurden, waren  $15 \text{ \mu m}$  dicke  $\beta$ -SiC-Filme deren  $\langle 100 \rangle$ -Achse senkrecht zur Oberfläche steht. Sie sind durch CVD auf ein Siliziumträgern aufgewachsen [Siegele 1990].

## Defekte

Bei der Implantation von  $30 \text{ keV He}^+$  in  $6\text{H-SiC}$  bei  $300 \text{ K}$  werden für  $3 \cdot 10^{16} \text{ He/cm}^2$  kleine Defektcluster von einigen Nanometern gebildet [Hojou 1985]. Dabei handelt es sich um Cluster mit hexagonaler Form, die sich in den Kristallebenen befinden. Ihre Größe nimmt mit der Fluenz zu. Mit  $10 \text{ keV He}^+$  wird bei Fluenzen von  $\sim 10^{18} \text{ He/cm}^2$  die Bildung von Blasen unterschiedlicher Größe beobachtet [Hojou 1988a].

Bei Temperaturen von  $\sim 1300 \text{ K}$  wird die Bildung von Blasen bevorzugt. Bei der Implantation von  $30 \text{ keV He}^+$  mit  $10^{17} \text{ He/cm}^2$  werden Blasen von  $1\text{-}2 \text{ nm}$  Durchmesser beobachtet [Hojou 1988b]. Etwa  $10\%$  des implantierten Heliums wird in den Blasen aufgesammelt, in denen die Heliumdichte  $10^{28} \text{ He/m}^3$  bei Drücken von  $10^8 \text{ Pa}$  beträgt. Für die Implantation von Helium mit  $400 \text{ keV}$  bei  $\sim 1023 \text{ K}$  wird neben der Bildung von Blasen die Entstehung von Hohlräumen (cavities) beobachtet [Nakata 1991].

Die Amorphisierung durch Heliumbeschuss bei  $300 \text{ K}$ , wird mit  $30 \text{ keV He}^+$  durch TEM für eine Fluenz von  $7 \cdot 10^{15} \text{ He/cm}^2$  beobachtet [Hojou 1985]. Diese Fluenz stimmt gut mit der von den Autoren berechneten deponierten Energie von  $1 \text{ dpa}$  überein.



## 3. Meßmethoden und experimenteller Aufbau

### 3.1. Meßmethoden

Zur Untersuchung der Wirkung des Ionenbeschusses auf die Vielzahl von Festkörpereigenschaften gibt es eine entsprechende Vielzahl von Meßmethoden. Zur Beobachtung von Strahlenschäden eignet sich vor allem die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) in Verbindung mit der Elektronenbeugung sowie die Ionenrückstreuung in Gitterführungsgeometrie (*Channeling*). Beide Methoden ergänzen sich in ihren Möglichkeiten: Während *Channeling* vor allem für die Untersuchung von Punktdefekten und Fremdatomeinbau geeignet ist, lassen sich mit TEM besonders gut größere Defektagglomerate (Versetzungen, Cluster, u.s.w.) bestimmen. Die Elektronenbeugung gestattet dabei die Untersuchung der Amorphisierung der Festkörperstruktur.

#### 3.1.1 Rutherford-Rückstreuanalyse (RBS)

Bei dieser Methode wird ein monoenergetischer Strahl leichter Ionen, meist Helium oder Wasserstoff, mit Energien zwischen einigen hundert keV und einigen MeV auf das Untersuchungsmaterial gerichtet. Die Grundlagen von RBS werden in verschiedenen zusammenfassenden Arbeiten beschrieben [Mayer 1977, Chu 1978]. Die unter dem Winkel  $\theta$  im Laborsystem rückgestreuten Ionen werden nachgewiesen und ihre Energie analysiert. Die geometrische Anordnung der Rutherfordrückstreuung ist in Abb. 3.1 dargestellt.

Ionen der Masse  $M_1$  die mit einer Energie  $E_0$  auf Oberflächenatome des Targets mit der Masse  $M_2$  treffen werden mit der Energie  $E_1$  rückgestreut. Der Zusammenhang zwischen  $E_1$  und  $E_0$  ist für Oberflächenatome gegeben durch:

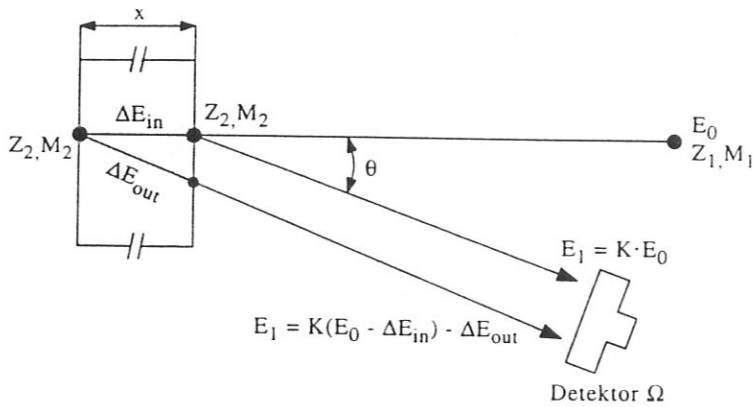
$$E_1 = K \cdot E_0 \quad (3.1)$$

wobei  $K$ , der kinematische Faktor im Laborsystem ist:

$$K = \left( \frac{M_1 \cdot \cos\theta \pm (M_2^2 - M_1^2 \cdot \sin^2\theta)^{1/2}}{M_1 + M_2} \right)^2 \quad (3.2)$$

Für  $M_1 < M_2$  gilt das Pluszeichen in der Klammer.

### 3.1 MESSMETHODEN



**Abb. 3.1** Geometrische Anordnung der Rutherfordrückstreuung.

Ionen, die Atome im Inneren des Materials in einer Tiefe  $x$  treffen, verlieren zusätzlich die Energie  $\Delta E_{in}$  auf dem Weg von der Oberfläche bis zum Stoß und  $\Delta E_{out}$  auf dem Weg zur Oberfläche. Die Austrittsenergie  $E_1$  ist dann

$$E_1 = K(E_0 - \Delta E_{in}) - \Delta E_{out}. \quad (3.3)$$

Ist das Wechselwirkungspotential zwischen Ion und Targetatom das Coulombpotential, so ist der differentielle Wirkungsquerschnitt für elastische Stöße durch den Rutherfordquerschnitt gegeben. Im Laborsystem ist

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E} \right)^2 \frac{4}{\sin^4 \theta} \frac{\left\{ \left[ 1 - \left( \frac{M_1}{M_2} \cdot \sin \theta \right)^2 \right]^{1/2} + \cos \theta \right\}^2}{\left[ 1 - \left( \frac{M_1}{M_2} \cdot \sin \theta \right)^2 \right]^{1/2}} \quad (3.4)$$

Der Wirkungsquerschnitt nimmt quadratisch mit der Kernladungszahl des Targetatoms  $Z_2$  zu und nimmt mit der Energie des Projektils quadratisch ab. Wegen der kleinen Kernladungszahl  $Z_2=6$  hat Kohlenstoff als Targetmaterial einen sehr kleinen Querschnitt.

Ein typisches Rückstreupektrum eines monoatomaren amorphen Targets ist in Abb. 3.2 a) schematisch dargestellt. Die Höhe des Spektrums  $H$  gibt die Rückstreausbeute oder einfach die Ausbeute wieder. Bei einer Energie  $E$  und einem Energieintervall  $\Delta E$  ist  $H$  gegeben durch:

$$H(E_1) = N \cdot Q \cdot \tau \cdot \Omega \cdot \sigma(E) \cdot \left( \frac{1}{\cos \theta} \right) \quad (3.5)$$

Wobei  $E$  = Energie vor dem Stoß

$E_1$  = Austrittsenergie

$N$  = atomare Dichte des Elementen

$Q$  = Anzahl der Projektile, die auf das Target treffen

$\Omega$  = Raumwinkel des Detektors

$\sigma(E)$  = differentieller Rückstreuquerschnitt

$\tau$  = Dicke im Material die der Energiebreite  $\Delta E$  entspricht.

$\theta$  = Einfallswinkel im Laborsystem.



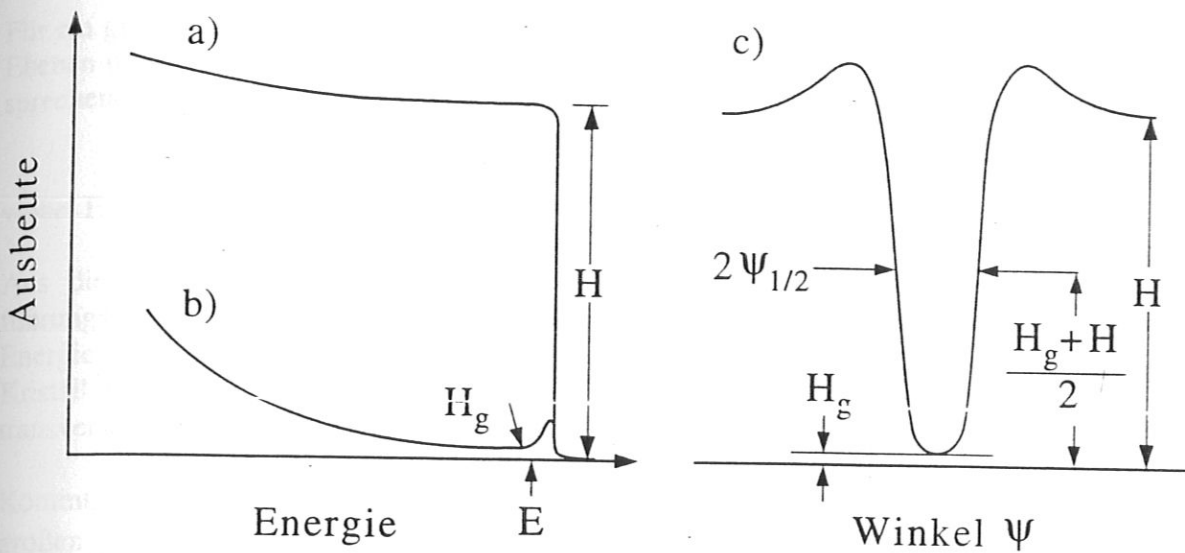


Abb. 3.2

- a) Rückstreausbeute an einem monoatomaren amorphem Target  
 b) Rückstreausbeute an einem ausgerichteten Einkristall  
 c) Winkelabhängigkeit der Rückstreausbeute um eine Gitterführungsrichtung.

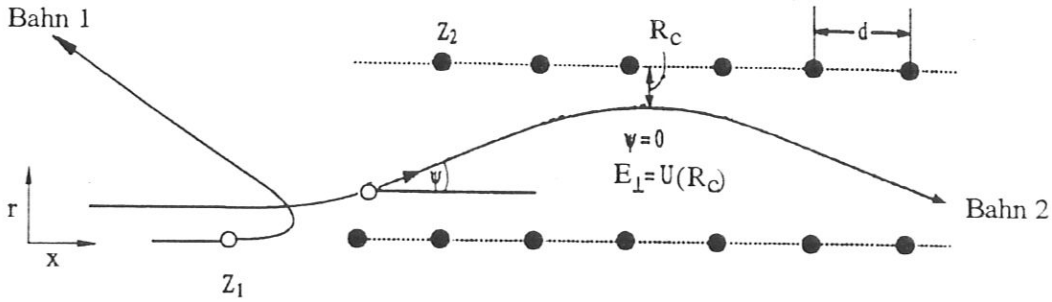
### 3.1.2 Gitterführungseffekt (RBS-c)

Die Rückstreausbeute aus kristallinen Targets wird entlang kristallographischer Achsen und Ebenen wegen des Gitterführungseffektes reduziert. Die Grundlagen dieses Effektes werden in verschiedenen Arbeiten zusammenfassend beschrieben [Feldman 1982, Chu 1978, Datz 1967, Gemmel 1974, Morgan 1973, Bird 1989].

Wenn ein energiereicher Ionenstrahl parallel zu einer dichtgepackten Atomkette oder -ebene auf einen Einkristall einfällt, wird ein kleiner Teil der Ionen an den Oberflächenatomen unter großen Winkeln rückgestreut (in Abb. 3.3 mit Bahn 1 bezeichnet). Die Oberflächenatome schirmen tiefer liegende Kettenatome ab und verhindern Großwinkelstöße an diesen. Andere Ionen werden unter kleinen Winkeln an den Oberflächenatomen gestreut (in Abb. 3.3 mit Bahn 2 bezeichnet). Diese nähern sich mit kleinen Winkeln den Ketten- oder Ebenenatomen und unterliegen vielen Kleinwinkelstößen. Dies führt zur Reflektion an den Ketten oder Ebenen. Im Idealfall werden diese Ionen an weiteren Atomketten oder -ebenen reflektiert, so daß keine Rückstreuung erfolgt. Man nennt diese Ionen gittergeführt. Der Winkel  $\psi$ , mit dem sich die Ionen nach Eintritt in den Kristall den Ketten nähern, hängt sowohl vom Stoßparameter  $r$  zum Oberflächenatom als auch vom Einfallswinkel ab (siehe Abb. 3.3). Die Gitterführung hat zwei Auswirkungen: Die Rückstreausbeute wird gegenüber einem amorphem Target stark erniedrigt und die Reichweite der Ionen im Material ist größer als bei amorphen Targets. Abb. 3.2 b) stellt schematisch die Rückstreausbeute  $H_g$  für einen Einkristall entlang einer Hauptachse im Vergleich zu der Ausbeute  $H$  eines amorphen Targets dar.

Die analytische Beschreibung der Gitterführung geht auf Lehmann und Leibfried, Nelson und Thompson sowie Erginsoy und Lindhard zurück [Lehmann 1963, Nelson 1963, Erginsoy 1965, Lindhard 1965] zurück. Die elastische Wechselwirkung eines Ions mit einem Atom wird durch

### 3.1 MESSMETHODEN



**Abb. 3.3** Schematische Darstellung des Gitterführungseffektes.

ein Potential  $V(r)$  beschrieben. Dafür sind mehrere Näherungen vorgeschlagen worden: das Moliere-Potential [Moliere 1947], das Thomas-Fermi-Potential [Thomas 1927, Fermi 1928], das Krypton-Kohlenstoff-Potential [Wilson 1977], das Lindhard-Potential [Lindhard 1968], u.a. In dieser Arbeit wird das Lindhard-Potential verwendet:

$$V(r) = Z_1 Z_2 e^2 \frac{1}{r} \left( 1 - \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{c^2 a_{\text{TF}}^2}{r^2}}} \right) \quad (3.6)$$

Die Konstante  $c^2$  hat den Wert 3 und  $a_{\text{TF}}$  ist die Thomas-Fermi-Abschirmlänge:

$$a_{\text{TF}} = 0.8853 \cdot a_0 \cdot (Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{-1/2} \quad (3.7)$$

Dabei ist  $a_0 = 0.528 \text{ \AA}$  der Bohr-Radius.

Für kleine Winkel  $\psi$  zwischen der Ionenbahn und den Atomketten kann statt der Wechselwirkung des Ions mit den einzelnen Atomen die Wechselwirkung mit der ganzen Kette verwendet werden. Das Potential der Atomkette kann durch ein zylindrisches Kontinuumpotential angenähert werden:

$$U(r) = \frac{1}{d} \int_{-\infty}^{+\infty} V(\sqrt{x^2 + r^2}) dx. \quad (3.8)$$

Dabei ist  $V$  das Wechselwirkungspotential.  $r$  und  $x$  sind in der Abb. 3.3 beschrieben. Diese Näherung ist nur für genügend große Abstände  $r$  des Ions von der Kette gültig. Mit dem Lindhard-Potential erhält man das Kontinuumpotential

$$U_{\text{Lind}}(r) = \frac{2Z_1 Z_2 e^2}{d} \ln \left( 1 + \frac{a_{\text{TF}}^2 c^2}{r^2} \right)^{1/2} \quad (3.9)$$

In einem Kristallgitter wird das gesamte Potential, in dem sich die Ionen bewegen, aus den Potentialen der einzelnen Atomketten zusammengesetzt:

$$U_{\text{Gesamt}} = \sum_{\text{Alle Ketten}} (U_{\text{Lind}}) \quad (3.10)$$

Für ein gittergeführtes Ion kann die Geschwindigkeit und Energie parallel zu den Ketten bzw. Ebenen unter Vernachlässigung von Energieverlusten als konstant betrachtet werden. Die entsprechende Energie  $E_{\perp}$  senkrecht zu den Ketten bzw. Ebenen ist gegeben durch:

$$E_{\perp} = E \cdot \psi^2 + U_{\text{Gesamt}}(r) \quad (3.11)$$

wobei  $E$  die gesamte Energie des Ions ist.

Aus dieser Gleichung folgt, daß ein paralleler Teilchenstrahl, der entlang einer Gitterführungsrichtung einfällt, nach dem Eintreten in den Kristall eine Verteilung der transversalen Energie bekommt, weil die Teilchen in Positionen mit verschiedenem Potential  $U_{\text{Gesamt}}$  in den Kristall eintreten. Die Teilchen, die näher an den Atomketten eintreten, besitzen größere transversale Energie als die, die in größerem Abstand eintreten.

Kommt ein Ion zu nahe an eine Atomkette ( $r < R_c$ ), so kann es eine Streuung mit einem so großen Winkel  $\psi$  erfahren, daß es nicht mehr gittergeführt wird. Der kritische Abstand  $R_c$  ist ein Maß für die Grenze zwischen geführten und nichtgeführten Bahnen. Er gibt die Anwendungsgrenze des Kontinuummodells an.  $R_c$  kann durch die thermische Schwingungsamplitude  $\rho$  der Gitteratome angenähert werden:

$$R_c \approx \rho \quad (3.12)$$

Dem Abstand  $R_c$  entspricht ein kritischer Winkel  $\psi_c$ . Es gilt:

$$E \cdot \psi_c^2 = U(R_c) \quad (3.13)$$

Für  $\psi < \psi_c$  werden die Ionen gittergeführt.

Unter Anwendung des Lindhard-Potentials kann  $\psi_c$  berechnet werden:

$$\psi_c(\rho) = \frac{\psi_1}{\sqrt{2}} \left( \ln \left[ 1 + \left( \frac{C \cdot a_{\text{tf}}}{\rho} \right)^2 \right] \right)^{1/2} \quad (3.14)$$

mit:

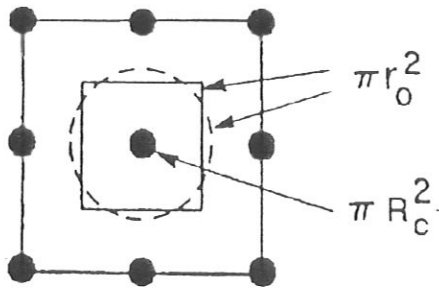
$$\psi_1 = \left( \frac{2 \cdot Z_1 Z_2 e^2}{E \cdot d} \right)^{1/2} \quad (3.15)$$

$\psi_c$  hängt also von der Temperatur des Kristalls, der Energie und der Kernladungszahl der Ionen und Gitteratome ab. So hängt die Anfangsverteilung der transversalen Energie vom Einfallswinkel ab.  $\psi_c$  kann experimentell nicht bestimmt werden. Die Rückstreuerausbeute zeigt eine Winkelabhängigkeit mit einer Halbwertsbreite  $\psi_{1/2}$  (Abb. 3.2), die gut mit dem berechneten Wert für  $\psi_c$  übereinstimmt. Der Wert von  $\psi_c$ , der nach Gl. 3.14 berechnet wird, unterscheidet sich von  $\psi_{1/2}$  um weniger als 20%.

Die kleinste Ausbeute  $\chi_{\text{min}}$  wird für Ioneneinfall entlang einer Hauptachse gefunden. Sie ist ein Maß für die Qualität eines Materials:

$$\chi_{\text{min}} = \frac{H_E}{H} \quad (3.16)$$

Sie hängt hauptsächlich von der Temperatur und der Güte des Kristalls und weniger stark von der Energie der Ionen und der Ladungszahl von Ionen und Targetatomen ab. Mit zunehmender Tiefe erhöht sich die Rückstreuerausbeute auf Grund des Dechanneling-Effekts. Durch die Energieabnahme mit der Eindringtiefe werden die Ionen langsamer. Damit wächst die Wahrscheinlichkeit die Gitterführungsrichtung zu verlassen. Sobald Ionen die Gitterführungs-



**Abb. 3.4** Schematische Darstellung der Radien  $R_c$  und  $r_0$ .  $\pi r_0^2$  ist die Querfläche, die einer Atomkette entspricht (siehe Gl. 3.17).

richtung verlassen haben, sind Stöße mit großen Ablenkwinkeln an Gitteratomen möglich, die zur Rückstreuung beitragen. Die Minimalausbeute  $\chi_{\min}(0)$  direkt unter der Oberfläche kann aus einfachen geometrischen Überlegungen bestimmt werden. Teilchen die mit einem Stoßparameter kleiner als  $R_c$  zu einer Atomkette einfallen werden nicht gittergeführt; dieser nicht geführte Anteil kann abgeschätzt werden durch (Abb. 3.4):

$$\chi_{\min}(0) = \frac{\pi \cdot R_c^2}{\pi \cdot r_0^2} \tag{3.17}$$

wobei  $\pi \cdot r_0^2 = \frac{1}{N \cdot d}$

mit :  $N$  - Atomdichte  
 $d$  - interatomarer Abstand entlang der Kette.

So wird die Minimalausbeute gegeben durch:

$$\chi_{\min}(0) = N \cdot d \cdot \pi \cdot R_c^2 \tag{3.18}$$

$\chi_{\min}(0)$  hat typische Werte von 0.03-0.08 und hängt wenig von der Temperatur ab.

Die Annahme, daß die longitudinale Energie konstant ist, ist nur für kleine Tiefen gültig. Die mittlere transversale Energie nimmt durch Mehrfachstöße mit Gitteratomen und Elektronen zu:

$$\frac{dE_{\perp}}{dz} = E \frac{d\psi^2}{dz} + \psi^2 \left( \frac{dE}{dz} \right) \tag{3.19}$$

Der erste Term berechnet die Zunahme aus Mehrfachstößen an Gitteratomen, während der zweite die Abnahme aus Energieverlusten des Ions berücksichtigt. Dieser zweite Term ist klein und wird in der Regel vernachlässigt.

### Kristall mit Defekten

In Anwesenheit von Defekten erhöht sich die Ausbeute entlang der geführten Richtung gegenüber dem perfekten Kristall. Abb. 3.5 zeigt schematisch die Ausbeute in Abhängigkeit von der Tiefe für einen Kristall mit einer Defektverteilung zwischen den Tiefen  $R_a$  und  $R_b$ . Wie man sieht, nimmt nicht nur die Ausbeute zwischen den Tiefen  $R_a$  und  $R_b$  zu, sondern auch für Tiefen größer als  $R_b$ . Die Erhöhung der Ausbeute aus den Tiefen zwischen  $R_a$  und  $R_b$  steht in direktem Zusammenhang mit der Anzahl der vorhandenen Defekte. Die Ausbeute für Tiefen,

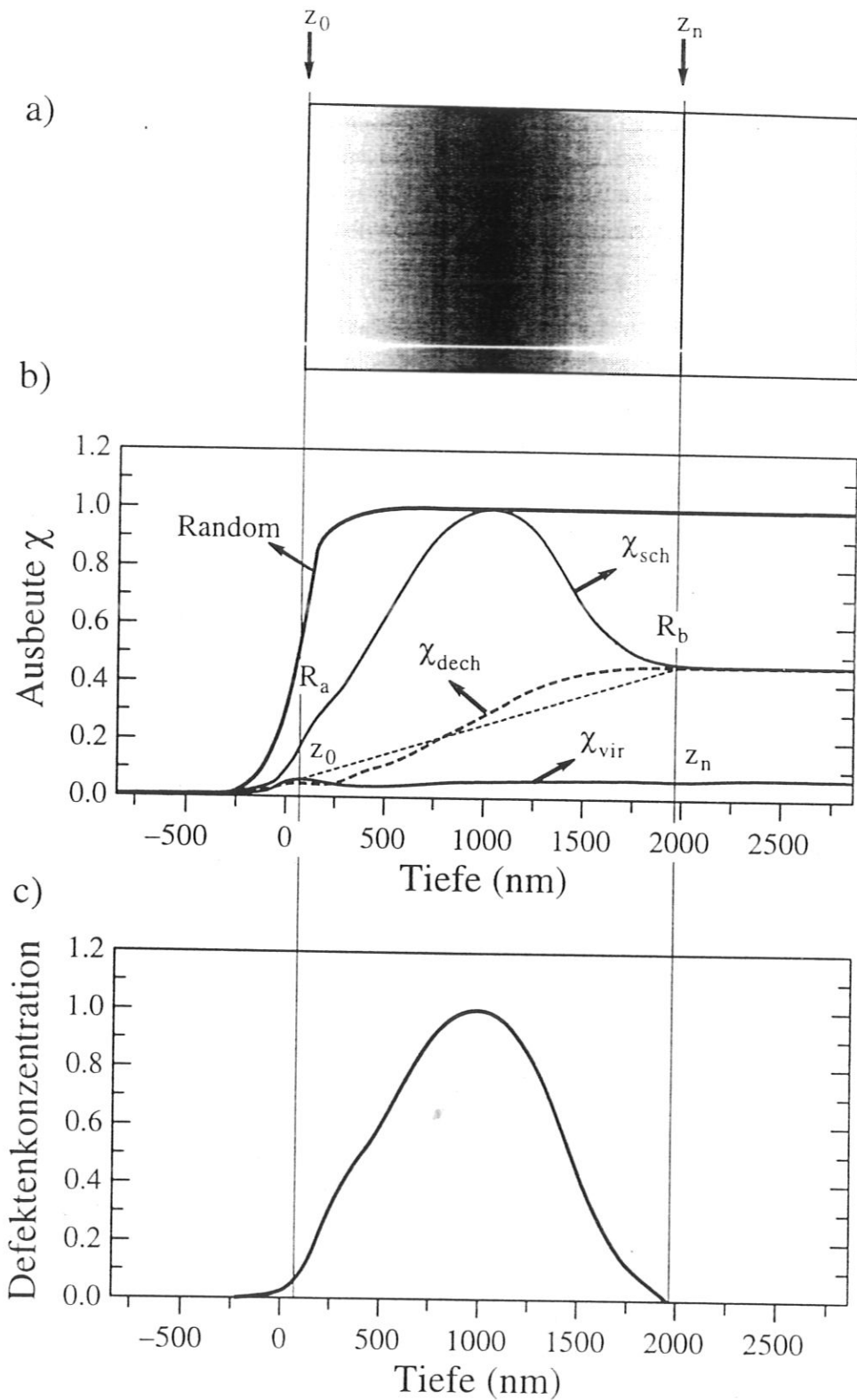


Abb. 3.5

- a) Schematische Darstellung einer Defektverteilung, die sich von der Oberfläche  $z_0$  bis zur Tiefe  $z_1$  erstreckt.
- b) Rückstreuerausbeute  $\chi_{sch}$  für Defekte in einem Einkristall. Als Grenzen für den Hintergrundabzug werden die Tiefen  $R_a$  und  $R_b$  gewählt. Der Hintergrund  $\chi_{dech}$  wird zunächst durch eine Gerade angenähert. Die Endgültige Form von  $\chi_{dech}$  ergibt sich aus dem iterativen Verfahren.
- c) Defektverteilung berechnet aus b)

### 3.1 MESSMETHODEN

die größer als  $R_b$  sind, kommt von den Ionen, die durch Dechanneling an Defekten in Tiefen zwischen  $R_a$  und  $R_b$  aus der Gitterführungsrichtung ausgelenkt wurden und in Tiefen größer als  $R_b$  rückgestreut werden. Die Rückstreausbeute für Tiefen, die größer als  $R_b$  sind, wird Dechanneling-Hintergrund genannt. Die Rückstreusignale aus Tiefen zwischen  $R_a$  und  $R_b$  ( $\chi_{sch}(z)$ ) setzen sich aus der direkten Rückstreuung an Defekten  $\chi_{dir}(z)$  und aus dem Dechanneling-Hintergrund  $\chi_{dech}(z)$  zusammen (Abb. 3.5):

$$\chi_{sch}(z) = \chi_{dech}(z) + \chi_{dir}(z) \quad (3.20)$$

Einem einfallenden Ion kann eine Wahrscheinlichkeit  $f$  für direkte Rückstreuung an einem Streuzentrum, z. B. einem Defekt, und ein Wirkungsquerschnitt  $\sigma_d$  für Dechanneling zugeordnet werden. Die Ausbeute  $\chi_{dir}$  für eine Defektverteilung  $n(z)$  in einem Kristall mit Atomdichte  $N$  ist gegeben durch

$$\chi_{dir}(z) = (1 - \chi_{dech}(z)) \cdot f \cdot \frac{n(z)}{N} \quad (3.21)$$

$f$  wird definiert durch

$$f = \frac{\int F(r) \cdot n(r) dr}{\int n(r) dr} \quad (3.22)$$

wobei  $F(r)$  der Ionenfluß und  $n(r)$  die Verteilung der Streuzentren in der Querschnittfläche sind. Für eine homogene Verteilung von Streuzentren ist  $f=1$ .

Der Dechannelingbeitrag  $\chi_{dech}$  kann aus der Tiefenverteilung der Defekte  $n(z)$  und dem Dechannelingquerschnittes  $\sigma_d$  bestimmt werden:

$$\chi_{dech}(z) = \chi_{vir}(z) + [1 - \chi_{vir}(z)] \left[ 1 - \exp\left(-\int_0^z \sigma_d \cdot n(z) dz\right) \right] \quad (3.23)$$

wobei  $\chi_{vir}(z)$  die Minimalausbeute  $\chi_{min}(z)$  für den Kristall ohne Defekte ist.

Aus den Gleichungen (3.20) und (3.21) folgt

$$\chi_{sch}(z) = \chi_{dech}(z) + [1 - \chi_{dech}(z)] \cdot f \cdot \frac{n(z)}{N} \quad (3.24)$$

Sind  $\chi_{dech}$  und  $\chi_{dir}$  in der gesamten Tiefe bekannt, so kann aus der Gleichung (3.24) die Dichte  $n(z)$  der Defekte bestimmt werden:

$$n(z) = \frac{\chi_{dir}(z)}{[1 - \chi_{dech}(z)]} \frac{N}{f} \quad (3.25)$$

Die eigentliche Schwierigkeit besteht darin, daß beide Ausbeuten  $\chi_{dech}$  und  $\chi_{dir}$  voneinander abhängig sind. An der Oberfläche ( $z=0$ ) ist die Dechannelingausbeute gleich der Ausbeute des unbeschossenen Kristalls:

$$\chi_{dech}(0) = \chi_{vir}(0) \quad \text{und damit ist} \quad n(0) = \frac{\chi_{dir}(0)}{[1 - \chi_{vir}(0)]} \frac{N}{f} \quad (3.26)$$

Ist die Tiefe größer als die Grenze der Defektverteilung  $z_n$ , siehe Abb. 3.5, so ist die direkte Rückstreuung null:

$$\chi_{dir}(z > z_n) = 0 \quad (3.27)$$

Für  $z > z_n$  ist die Rückstreuintensität

$$\chi_{\text{dech}}(z) = \chi_{\text{vir}}(z) + \left[1 - \chi_{\text{vir}}(z)\right] \left[1 - \int_0^{z_n} \sigma_d \cdot n(z) dz\right]. \quad (3.28)$$

Sind die Ausbeuten des gemessenen Spektrums ( $\chi_{\text{sch}}(z_n)$ ) in der Tiefe  $z_n$  des entsprechenden defektfreien Kristalls ( $\chi_{\text{vir}}(z_n)$ ) bekannt, so kann daraus und dem Dechannelingquerschnitt  $\sigma_d$  die Anzahl der bis zur Tiefe  $z=z_n$  vorhandenen Defekte bestimmt werden:

$$\int_0^{z_n} \sigma_d \cdot n(z) dz = \ln \left(1 - \frac{\chi_{\text{sch}}(z_n)}{\chi_{\text{vir}}(z_n)}\right) \quad (3.29)$$

Ist der Dechannelingquerschnitt  $\sigma_d$  für alle Defekte gleich, oder ist nur ein Defektyp vorhanden, so gilt:

$$N_d \Big|_{z = z_n} = \frac{1}{\sigma_d} \ln \left(1 - \frac{\chi_{\text{sch}}(z_n)}{\chi_{\text{vir}}(z_n)}\right) \quad (3.30)$$

Die Bestimmung von  $\sigma_d$  ist nicht trivial. In einfachen Fällen, z. B. bei Zwischengitteratomen, kann sie aus einfachen Überlegungen bestimmt werden. Für eine homogene Verteilung von Zwischengitteratomen ( $f=1$ ) kann  $\sigma_d$  durch die Integration des Rutherfordquerschnitts (Gl. 3.4) zwischen den Winkeln  $\psi_c$  und  $\pi$  abgeschätzt werden:

$$\sigma(z) = \frac{\pi d^2 \psi_1^4}{4 \psi_{1/2}^2}, \quad (3.31)$$

$\psi_1$  ist in Gl. (3.15) angegeben.

Angenommen,  $\sigma_d(z)$  ist unabhängig von der Tiefe, wie dies für Zwischengitteratome der Fall ist, so kann ein iteratives Verfahren entwickelt werden, um die Verteilung  $n(z)$  zu bestimmen.

### 3.1.2.1 Iteratives Verfahren für die Berechnung des Tiefenprofils

Die Bestimmung des Schadenprofils aus den RBS-c Spektren wird von verschiedenen Autoren beschrieben [Bøgh 1968, Ziegler 1972, Behrisch 1976, Rimini 1978, Feldman 1982].

Dafür werden folgende Annahmen gemacht:

- a) Der Streufaktor für Defekte ist  $f=1$ , also gleich dem von statistisch verteilten Punktdefekten.
- b) Alle Defekte haben denselben Dechanneling-Querschnitt  $\sigma_d$ .

Aus den gemessenen Spektren werden zunächst die normierten Ausbeuten  $\chi_{\text{sch}}$  und  $\chi_{\text{vir}}$  gewonnen. In diesem Schritt wird schon eine erste Näherung gemacht, indem  $\chi_{\text{vir}}$  aus den Quotienten der Ausbeuten  $H_{\text{vir}}$  und  $H_{\text{ran}}$  für den ausgerichteten und den willkürlich orientierten Kristall berechnet wird. Dies ist nur näherungsweise richtig, weil die Energieverluste für geführte und nichtgeführte Bahnen unterschiedlich sind. Das Verhältnis zwischen diesen Energieverlusten entlang der kristallographischen Achse mit Index  $hkl$  wird mit  $\alpha_{hkl}$  bezeichnet. Für Silizium ist  $\alpha_{100}(\text{Si}) \sim 0.75$  [Eisen 1972] und für Diamant  $\alpha_{100}(\text{Diamant}) \sim 0.9$  [Fearick 1980b]. Die nach-gewiesenen Teilchen verlaufen alle nach dem Stoß auf nichtgeführten Bahnen, und so kann der Fehler bei Silizium zu 10% und für Diamant zu 5% abgeschätzt werden. In Graphit, wo die Ionen schlechter durch das Gitter geführt werden als in Diamant, ist der Fehler noch kleiner.

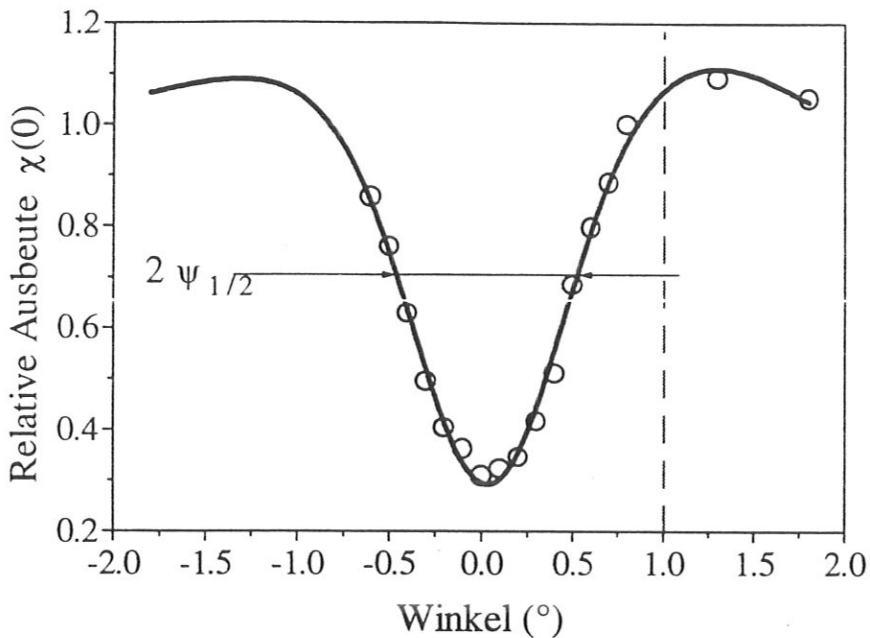


Abb. 3.6 Winkelabhängigkeit der Rückstreuerausbeute direkt hinter der Oberfläche für HOPG.

Als nächster Schritt wird der Anfang  $z_0$  und das Ende  $z_n$  des Schadenpeaks bestimmt. Diese Bestimmung wird durch Beobachtung der Form des Peaks gemacht (siehe Abb. 3.5). Die Dechanneling-Ausbeute  $\chi_{\text{dech}}$  wird durch eine Gerade ersetzt, welche die Punkte  $(z_0, \chi_{\text{vir}}(z_0))$  und  $(z_n, \chi_{\text{sch}}(z_n))$  verbindet. Mit dem so berechneten  $\chi_{\text{dech}}(z)$  wird  $n(z)$  mit der Gl. (3.25) und  $\sigma_d$  mit der Gl. (3.30) bestimmt. Jetzt wird mit den so berechneten  $n(z)$  und  $\sigma_d$  mit der Gl. (3.23) erneut  $\chi_{\text{dech}}(z)$  bestimmt. Der Parameter  $\sigma_d$  wird variiert und in der Gl. (3.23) eingesetzt bis  $\chi_{\text{dech}}(z_n) = \chi_{\text{sch}}(z_n)$ . Ein Beispiel des Ergebnisses dieser iterativen Berechnung wird in Abb. 3.5 gezeigt.

### 3.1.2.2 Gitterführungsuntersuchungen an HOPG

Obwohl HOPG polykristallin ist, kann man an ihm wegen der kleinen Mosaikbreite Gitterführung parallel und senkrecht zur  $c$ -Achse beobachten. Die Dicke der Kristallite (etwa  $0.1 \mu\text{m}$ ) ist groß genug, um Gitterführungsexperimente entlang der  $c$ -Achse mit leichten Ionen im MeV-Bereich zu machen [Elman 1984a]. Die Kristallite sind jedoch verglichen mit dem Ionenstrahldurchmesser so klein, daß experimentell immer viele Kristallite gleichzeitig analysiert werden. Abb. 3.6 zeigt die Winkelabhängigkeit der relativen Rückstreuerausbeute  $\chi$  in einem Winkelscan an HOPG um die  $c$ -Achse. Die Winkelabhängigkeit eines polykristallinen Materials kann aus einer Faltung der Winkelabhängigkeit des Einkristalls mit der Verteilung der Orientierungen der  $c$ -Achsen der analysierten Kristallite gewonnen werden. Unter der Annahme, daß die Kristallite eine gaußförmige Verteilung der Orientierung mit der Standardabweichung  $\sigma$  besitzen, zeigten Ishiwara und Furuhashi [Ishiwara 1976], daß die Winkelabhängigkeit der Ausbeute direkt unter der Oberfläche für polykristalline Materialien gegeben ist durch:



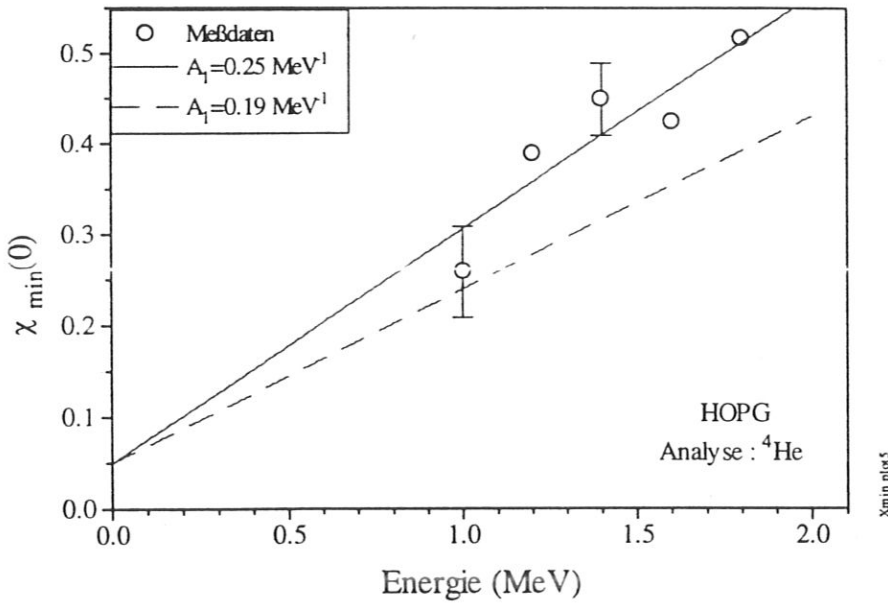


Abb. 3.7 Energieabhängigkeit der Minimalausbeute direkt unter der Oberfläche für HOPG.

$$\chi(\psi, E_0) = 1 - \left( \frac{1 - \chi_0}{1 + \left( \frac{\sigma}{\psi_{1/2}^0} \right)^2 \ln 2} \right) \cdot \exp \left( - \frac{\psi^2}{\sigma^2 + (\psi_{1/2}^0)^2 \ln 2} \right) \quad (3.32)$$

wobei  $\chi_0$  die Minimalausbeute direkt unter der Oberfläche und  $\psi_{1/2}^0$  die Halbwertsbreite des Einkristalls ist. Die Minimalausbeute des Polykristalls kann aus der Formel (3.32) mit  $\psi=0$  berechnet werden:

$$\chi_{\min}^{\text{poly}} = \frac{\chi_0 - \left( \frac{\sigma}{\psi_{1/2}^0} \right)^2 \ln 2}{1 + \left( \frac{\sigma}{\psi_{1/2}^0} \right)^2 \ln 2} \quad (3.33)$$

Die Halbwertsbreite des Polykristalls  $\psi_{1/2}$  ist in Abhängigkeit von  $\psi_{1/2}^0$  nach Elman gegeben durch [Elman 1984a]:

$$\psi_{1/2} = \left[ \sigma^2 \ln 2 + (\psi_{1/2}^0)^2 \right]^{1/2} \quad (3.34)$$

Für die Bestimmung der Minimalausbeute von HOPG ist also die Kenntnis der Minimalausbeute des einkristallinen Graphits erforderlich. Diese kann experimentell nicht bestimmt werden, da die einkristallinen Lamellen nicht groß genug sind. Elman und Mitarbeiter bestimmten den Wert  $\chi_0=6\%$  aus den experimentellen Werten von  $\chi_{\min}^{\text{poly}}$  und  $\psi_{1/2}$  für verschiedene Energien.

### 3.1 MESSMETHODEN

Eine wichtige Eigenschaft der Minimalausbeute von HOPG ist, daß sie anders als bei Einkristallen stark von der Energie abhängt, wie Abb. 3.7 zeigt. Die Abhängigkeit von der Energie kann aus den Gleichungen (3.33) und (3.34) im Rahmen des Kontinuum-Potential-Modells berechnet werden:

$$\left( \frac{1}{1 - \chi_{\min}(0)} \right) = \left( \frac{1}{1 - \chi_0} \right) \left( 1 + A_1 \cdot E \right) \quad (3.35)$$

Der Parameter  $A_1$  ist

$$A_1 = \frac{\sigma^2 \cdot \ln 2}{\frac{Z_1 Z_2 e^2}{d} \ln \left( \left( \frac{C \cdot a_{\text{tf}}}{\rho} \right)^2 + 1 \right)} \quad (3.36)$$

Für die Heliumanalyse von HOPG mit einer Mosaikbreite von  $\sigma=0.4^\circ$  bei 300 K entlang der c-Achse beträgt  $A_1$  nach Gl.(3.36)  $0.19 \text{ MeV}^{-1}$ . Dieser Wert stimmt gut mit den gemessenen Werten überein (Abb. 3.7).

### 3.1.3 Dechannelinganalyse

Der Dechannelingquerschnitt  $\sigma_d$  hängt von der Struktur der Defekte und von deren Einfluß auf das Gitter ab. Punktdefekte und kleine Cluster verzerren das Gitter wenig, liegen aber in der Bahn der geführten Ionen. Diese Defekte besitzen deshalb einen kleinen Dechannelingquerschnitt, aber einen großen Querschnitt für die direkte Rückstreuung. Ausgedehnte Defekte wie Versetzungen verzerren das Gitter stark und haben häufig große Dechannelingquerschnitte. Verschiedene Defektarten haben unterschiedliche Abhängigkeiten des Dechannelingquerschnittes  $\sigma_d$  von der Energie des Analysestrahls. Aus diesen kann man in manchen Fällen den Defekttyp bestimmen. Experimentell kann  $\sigma_d$  nicht direkt bestimmt werden. Aus den gemessenen Rückstreausbeuten  $\chi_{\text{sch}}$  und  $\chi_{\text{vir}}$  kann das Produkt  $\sigma_d \cdot N_d$  aus Gleichung (3.30) bestimmt werden:

$$\sigma_d \cdot N_d = \int_0^{z_n} \sigma_d \cdot n(z) dz = \ln \left( 1 - \frac{\chi_{\text{sch}}(z_n)}{\chi_{\text{vir}}(z_n)} \right) \quad (3.37)$$

Unter der Annahme, daß die Anzahl der vorhandenen Defekte nicht von der Energie des Analysestrahls abhängt, kann man die Energieabhängigkeit von  $\sigma_d$  aus der Energieabhängigkeit von  $\sigma_d \cdot N_d$  bestimmen [Gärtner 1984a].

#### Zwischengitteratome

Der Dechanneling-Querschnitt  $\sigma_{ZG}$  für Zwischengitteratome (Punktdefekte) (Gl. 3.31) kann durch Substitution der Gleichungen (3.14) und (3.15) in Abhängigkeit von der Energie ausgedrückt werden:

$$\sigma_{ZG} = \frac{\pi \cdot Z_1 Z_2 e^2 d}{\ln \left[ 1 + \left( \frac{C \cdot a_{\text{tf}}}{r} \right)^2 \right]} \frac{1}{E} \quad (3.38)$$

Damit ist

$$\sigma_{ZG} \sim \frac{1}{E}$$

Eine andere Ableitung ergibt als Energieabhängigkeit von  $\sigma_{ZG}$  [Jousset 1974]:

$$\sigma_{ZG} \sim \frac{1}{E^{1/2}}. \quad (3.39)$$

Gärtner findet, daß die Energieabhängigkeit für Zwischengitteratome zwischen  $E^{-0.65}$  und  $E^{-0.95}$  liegt [Gärtner 1984a], je nach dem mittleren Abstand der Defekte zu den Atomketten. Der Dechannelingquerschnitt  $\sigma_{ZG}$  für Zwischengitteratome wurde experimentell von mehreren Autoren, hauptsächlich an Silizium untersucht [Matsunami 1977, Howe 1976, Wielunski 1982, Gärtner 1990]. Die dabei gemessenen Energieabhängigkeiten befinden sich zwischen  $E^{-1/2}$  und  $E^{-1}$ .

Defekttyp	Energieabhängigkeit	Referenz
Punktdefekte (Zwischengitteratome)	$E^{-1}$	[Feldman 1982]
	$E^{-1/2}$	[Jousset 1974]
	$E^{-0.65}$ - $E^{-0.95}$	[Gärtner 1984a]
Versetzungen	$E^{-1/2}$	[Queré 1968, Feldman 1982]
Stapelfehler	$E^0$	[Mory 1976]
amorphe Schicht	$E^{-1}$	[Feldman 1982]
Blasen	$E^0$	[Mory 1976]

**Tabelle 3.1** Energieabhängigkeit des Dechannelingquerschnittes für verschiedene Defektstrukturen.

### Versetzungen

Der Wirkungsquerschnitt von Versetzungen wird von Queré abgeleitet [Queré 1968]:

$$\sigma_{Ver} = \frac{b \cdot d \cdot a_{TF}}{\alpha \cdot Z_1 Z_2 e^2} E^{1/2}. \quad (3.40)$$

Dabei ist  $b$  der Burgersvektor,  $d$  der interatomare Abstand,  $a_{TF}$  die Thomas-Fermi-Abschirmlänge und  $\alpha$  ein Parameter, der von der Art der Versetzungen abhängt (z. B.  $\alpha=12.5$  für Schraubenversetzungen und  $\alpha=4.5$  für Linienversetzungen). Für Versetzungen in Silizium stimmen die experimentell bestimmten Querschnitte und ihre Energieabhängigkeit mit den aus Gl. 3.40 berechneten gut überein [Mory 1972, Feldman 1982, Gärtner 1984b, Wielunski 1982].

#### Kristallzwillinge

Der Einfluß von Kristallzwillingen auf den Dechannelingquerschnitt wurde experimentell an Silizium von Foti und Rechten untersucht [Foti 1978, Rechten 1978]. Für diese Struktur ist kein Modell für den Querschnitt bekannt. Die Energieabhängigkeit des Dechannelingquerschnittes hängt von der Ausrichtung der Zwillinge gegenüber dem Volumen ab: Gut ausgerichtete Kristallzwillinge zeigen eine Energieabhängigkeit mit negativem Exponenten, während Kristallzwillinge, die einen Ausrichtungsfehler von  $\sim 2^\circ$  gegenüber dem Volumen haben, einen positiven Exponenten der Energie zeigen.

#### Andere Defekte

Andere Defekte wie Blasen und Stapelfehler zeigen keine Energieabhängigkeit des Dechannelingquerschnittes [Queré 1968, Mory 1976, Feldman 1982]. Die Energieabhängigkeit des Dechannelingquerschnittes für verschiedene Defekte ist in Tabelle 3.1 zusammengefaßt.

#### 3.1.3.1 Dechannelinganalyse an Silizium

Silizium wurde als Testmaterial verwendet, um die Möglichkeiten der Dechannelinganalyse für die Unterscheidung von Defekten zu untersuchen. Insbesondere wurden Defekte untersucht, die durch die Implantation von Helium und Deuterium bei 300 K und höheren Temperaturen entstanden waren.

Proben aus Si<111> wurden mit 8 keV D<sup>+</sup> implantiert. Abb. 3.8 zeigt eine Reihe von RBS-c Spektren mit 1 MeV <sup>4</sup>He und  $\vartheta=158^\circ$  für ausgewählte Implantationsschritte zwischen  $2.4 \cdot 10^{16}$  und  $5 \cdot 10^{17}$  D/cm<sup>2</sup>. Mit zunehmender Fluenz wird eine zunehmende Schädigung für Rückstreuenergien zwischen 450 und 550 keV beobachtet. Gleichzeitig nimmt der Dechanneling-Hintergrund für Rückstreuenergien unter 450 keV zu. Die Größe der Schädigung, und des Dechanneling-Hintergrunds nehmen stetig zu, bis bei einer Fluenz von etwa  $1.4 \cdot 10^{17}$  D/cm<sup>2</sup> die Randomhöhe erreicht wird. Diese Fluenz, bei der die Randomhöhe zum erstenmal erreicht wird, wird im folgenden mit  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  bezeichnet. Durch die Implantation von Fluenzen über  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  verbreitert sich der Schadenpeak hauptsächlich zur Oberfläche hin, während der Dechannelinghintergrund einen Sättigungswert erreicht. Für alle Implantationsschritte ist die Höhe des Schadenpeaks um einen Faktor 1.6 bis 2 größer als der Dechanneling-Hintergrund. Das Verhältnis der Schädigungshöhe zum Dechanneling-Hintergrund ist typisch für obstruktive Defekte wie Punktdefekte oder interstitielle Cluster. Obstruktive Defekte sind diejenigen, deren Atome in der Bahn des geführten Strahls liegen.

Abb. 3.9 stellt die Dechannelingsignale  $\sigma_d \cdot N_d$  (siehe Kap. 3.1.3) in Abhängigkeit von der primären Energie der Analyseionen dar. Die durchgezogenen Linien sind Fits, die mit der Funktion

$$\sigma_d \cdot N_d = A \cdot E_0^B$$

gemacht wurden. Dabei ist  $E_0$  die Analyseenergie und A und B sind Fitparameter. Die Fehlerbalken, die bei einigen der Messungen angegeben sind, berücksichtigen nur statistische Meßfehler.

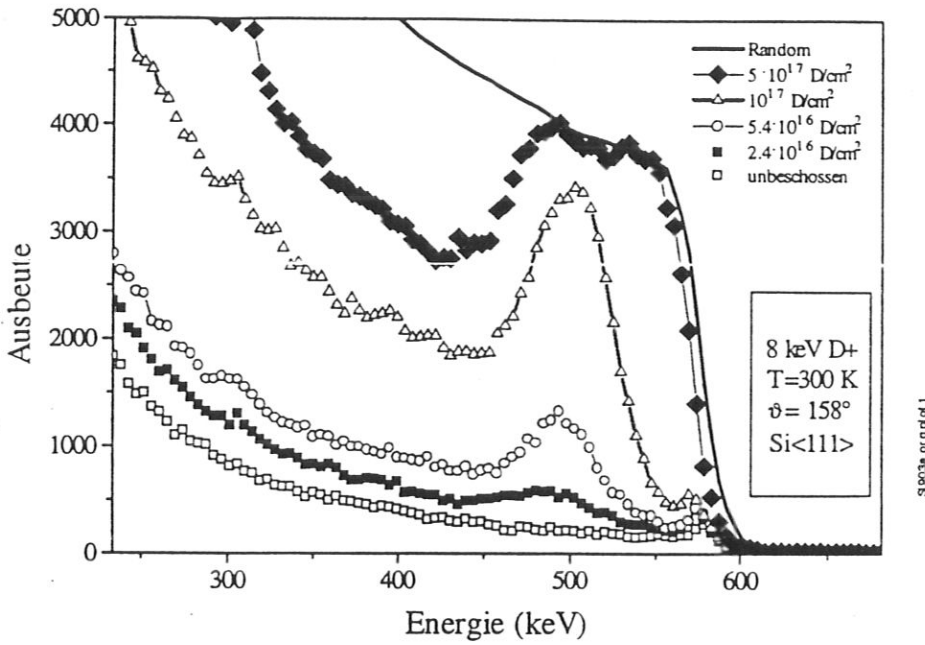


Abb. 3.8 : RBS-c Spektren für die Implantation von 8 keV D+ in Si <111> bei 300 K. Die Spektren wurden mit 1 MeV  $^4\text{He}$ -Ionen und  $\vartheta=158^\circ$  gemessen.

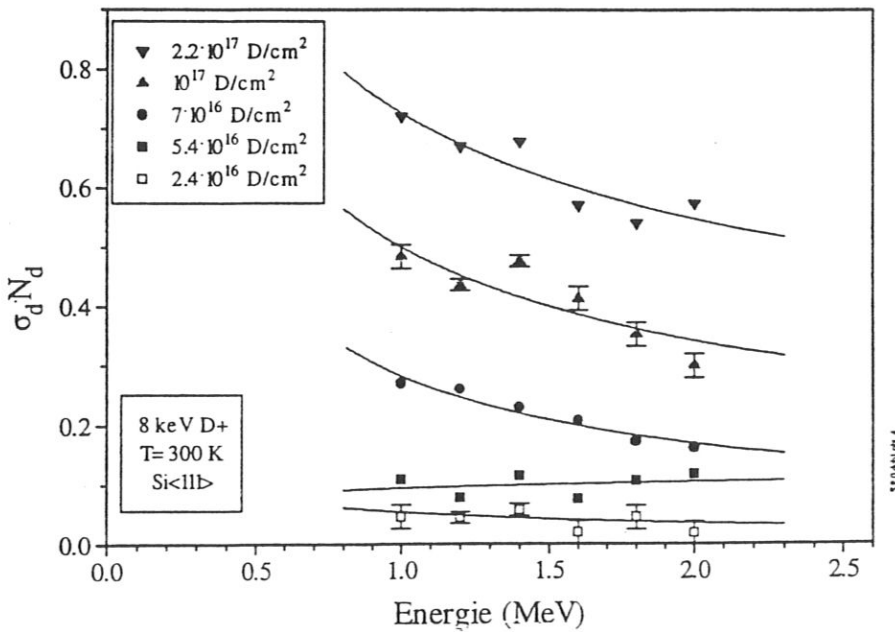


Abb. 3.9 Dechannelingsignale  $\sigma_d \cdot N_d$  in Abhängigkeit der primären Energie der Analyseionen ( $^4\text{He}$ ) für ausgewählte Implantationsschritte von 8 keV D+ in Si<111> bei 300 K.

### 3.1 MESSMETHODEN

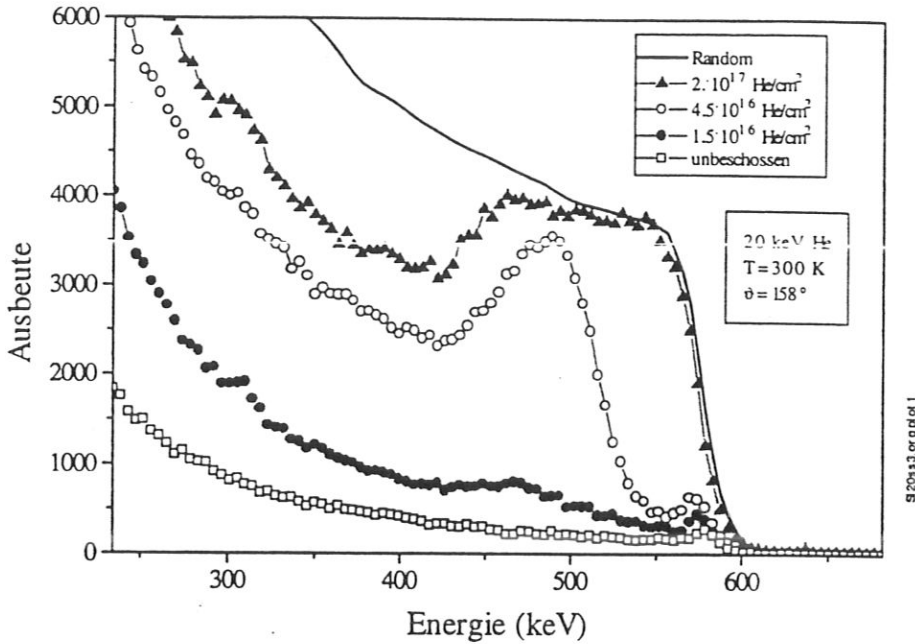
Ionenart	Implantations- temperatur (K)	Fluenz (Ion/cm <sup>2</sup> )	Energieabhängigkeits Fitparameter B (E <sup>B</sup> )
8 keV D <sup>+</sup>	300	2.4·10 <sup>16</sup>	-0.6 ± 0.7
		5.4·10 <sup>16</sup>	0.15 ± 0.35
		7·10 <sup>16</sup>	-0.7 ± 0.09
		1·10 <sup>17</sup>	-0.47 ± 0.09
		2.2·10 <sup>17</sup>	-0.40 ± 0.09
20 keV <sup>4</sup> He	300	1.5·10 <sup>16</sup>	-1 ± 0.4
		4.5·10 <sup>16</sup>	-0.5 ± 0.07
		2·10 <sup>17</sup>	-0.6 ± 0.06
	570	10 <sup>16</sup>	-0.04 ± 0.09
		3·10 <sup>16</sup>	-0.14 ± 0.07
		8·10 <sup>16</sup>	-0.28 ± 0.06

**Tab. 3.2** Exponenten für die Abhängigkeit der Dechannelingsignale  $\sigma_D \cdot N_D$  von der Energie, für die Implantation von Deuterium und Helium in Si<111> bei 300 K und 570 K.

Die Werte für die Exponenten B sind in Tabelle 3.2 zusammengestellt. Für kleine Fluenzen ( $\Phi < 7 \cdot 10^{16}$  D/cm<sup>2</sup>) schwanken die Werte zwischen -0.6 und +0.15. Diese große Unsicherheit des Exponenten B ist auf statistische Fehler zurückzuführen, die für die Messungen bei diesen Fluenzen verhältnismäßig groß sind. Für höhere Fluenzen ( $\Phi > 10^{17}$  D/cm<sup>2</sup>) schwanken die Werte weniger und liegen um B = -0.4. Bei höheren Fluenzen sind die statistischen Fehler verhältnismäßig klein und haben daher einen kleineren Einfluß auf die Bestimmung des Exponenten als bei niedrigen Fluenzen.

Abb. 3.10 zeigt die RBS-c Spektren mit 1 MeV <sup>4</sup>He und  $\vartheta = 158^\circ$  für Si<111>, das mit verschiedenen Fluenzen von 20 keV <sup>4</sup>He-Ionen bei 300 K implantiert wurde. Die Schädigung baut sich hier in einer Tiefe auf, die dem Energiebereich zwischen 420 und 550 keV der rückgestreuten Ionen entspricht. Die Entwicklung der Schädigung und des Dechanneling-Hintergrundes sowie deren Verhältnis ist der beobachteten Entwicklung bei der Implantation von 8 keV D in Si<111> sehr ähnlich.

Abb. 3.11 zeigt entsprechende Messungen bei 570 K. Die Tiefen, bei denen sich die Schädigung aufbaut, sind die gleichen wie bei 300 K, aber das Verhältnis der Schädigungshöhe zum Dechanneling-Hintergrund ist verschieden. Für eine Implantation von 10<sup>16</sup> He/cm<sup>2</sup> ist die Rückstreausbeute im Schädigungsbereich und im Bereich des Dechanneling-Hintergrunds praktisch gleich groß. Dies ist charakteristisch für ausgedehnte Defekte wie Versetzungen, die eine Verzerrung des Gitters verursachen. Mit zunehmender Fluenz ändert sich das Verhältnis



**Abb. 3.10.** RBS-c Spektren für die Implantation von 20 keV  $^4\text{He}$ -Ionen in Si<111> bei 300 K. Die Spektren wurden mit 1 MeV  $^4\text{He}$ -Ionen und  $\vartheta=158^\circ$  gemessen.

der Rückstreausbeuten im Schädigungsbereich zu der im Bereich des Dechanneling-Hintergrunds von 1.1 bei  $10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> bis zu 1.3 bei  $8 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup>.

Abb. 3.12 zeigt die Energieabhängigkeit von  $\sigma_d \cdot N_d$  für verschiedene Implantationsfluenzen. Die offenen Symbole stellen Ergebnisse bei 300 K und die ausgefüllten solche bei 570 K dar.

Bei 300 K ändern sich die Werte für  $\sigma_d \cdot N_d$  für 1 MeV Analyseenergie in dem gemessenen Fluenzbereich von 0.05 bis 1.2. Der durch Fit bestimmte Exponent  $B=(-1 \pm 0.4)$  für eine Fluenz von  $1.5 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> enthält eine große Unsicherheit. Für die höheren Fluenzen werden Exponenten von -0.5 bis -0.6 bestimmt. Sie unterscheiden sich von den Exponenten für die Implantation von großen Deuteriumfluenzen nur etwa um 20%.

Bei 570 K variieren die Werte für  $\sigma_d \cdot N_d$  bei 1 MeV Analyseenergie zwischen 0.3 und 1.2. Anders als bei der Implantation bei 300 K, sind die Exponenten klein. Für kleine Fluenzen ( $\Phi < 3 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup>) betragen sie -0.04 bis -0.15. Für die größte Fluenz ( $8 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup>) beträgt der Exponent -0.28.

### 3.1 MESSMETHODEN

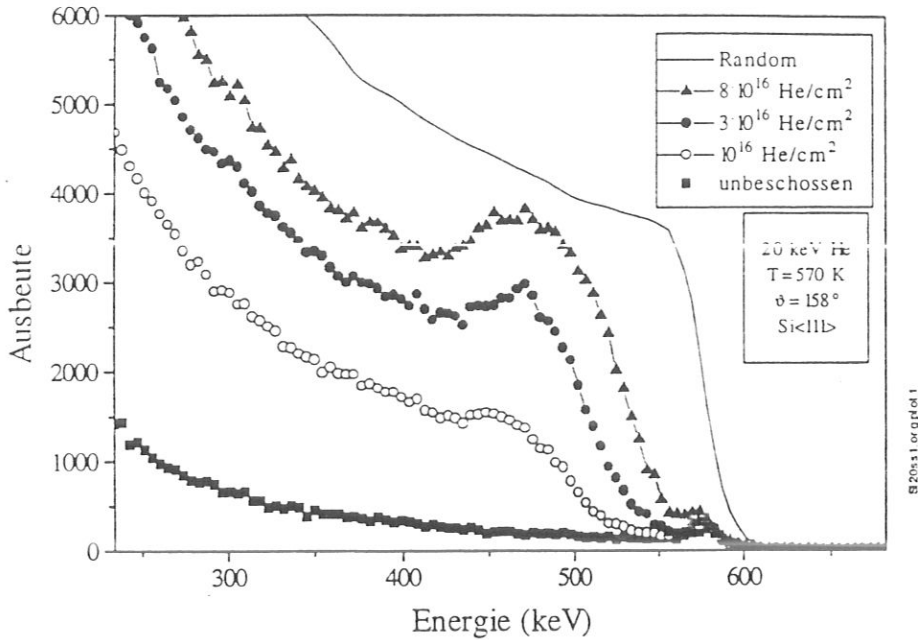


Abb. 3.11. RBS-c Spektren für die Implantation von 20 keV <sup>4</sup>He-Ionen in Si<111> bei 570 K. Die Spektren wurden mit 1 MeV <sup>4</sup>He-Ionen und ϕ=158° gemessen.

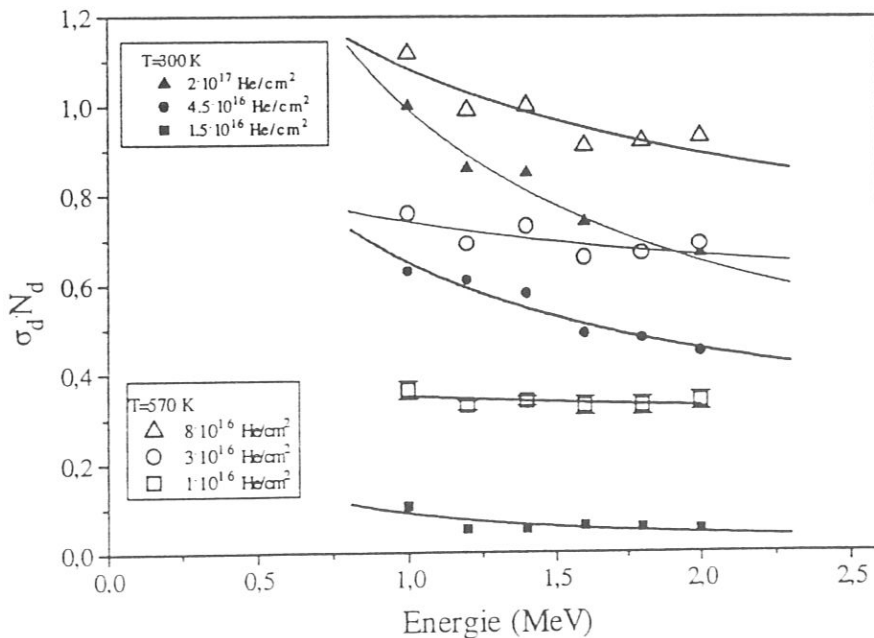
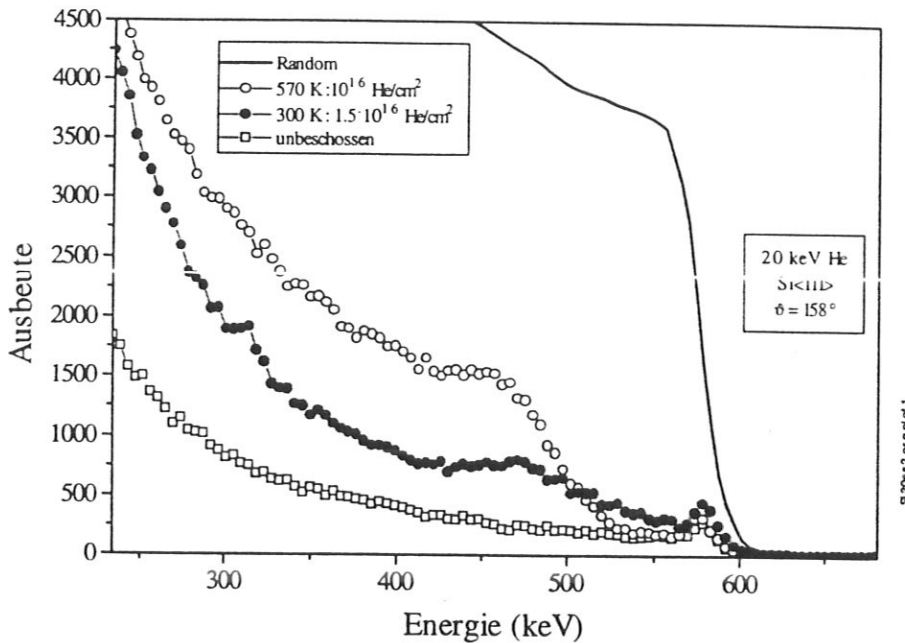


Abb. 3.12 Dechannelingsignale  $\sigma_D \cdot N_D$  in Abhängigkeit der primären Energie der Analyseionen (<sup>4</sup>He) für ausgewählte Implantationsschritte von 20 keV <sup>4</sup>He<sup>+</sup> in Si<111> bei 300 K und 570 K.





**Abb. 3.13** Vergleich der RBS-c Spektren für die Implantation von Helium bei 300 K und 570 K in Si  $\langle 111 \rangle$ .

Die absoluten Dechannelingquerschnitte ändern sich auch mit der Implantationstemperatur. Abb. 3.13 zeigt RBS-c Spektren für Implantationen von vergleichbar großen Fluenzen nämlich von  $1.5 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> bei 300 K und  $10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> bei 570 K. Der Dechanneling-Hintergrund bei 570 K ist deutlich höher als bei 300 K, obwohl die Flächendichten der Strahlenschäden von  $4.5 \cdot 10^{16}$  Atome/cm<sup>2</sup> bei 570 K und  $3.2 \cdot 10^{16}$  Atome/cm<sup>2</sup> bei 300 K ähnlich groß sind. Mit Hilfe der gerechneten Flächendichte der Strahlenschäden  $N_d$  kann der mittlere Dechannelingquerschnitt  $\sigma_d$  der Strahlenschäden bestimmt werden. Für Analyse mit 1 MeV He-Ionen ist

$$\begin{aligned}\sigma_d(300 \text{ K}, 1.5 \cdot 10^{16} \text{ He/cm}^2) &= 2.8 \cdot 10^{-18} \text{ cm}^2 \\ \sigma_d(570 \text{ K}, 10^{16} \text{ He/cm}^2) &= 7.8 \cdot 10^{-18} \text{ cm}^2\end{aligned}$$

Der Wert bei 570 K ist etwa dreimal größer als bei 300 K. Mit zunehmender Fluenz wird dieser Unterschied kleiner.

Aus den absoluten Werten für die Dechanneling-Wirkungsquerschnitte kann man die prozentuale Zusammensetzung der Defekte ausrechnen. Vorausgesetzt die Wirkungsquerschnitte der einzelnen Defektarten sind bekannt, gilt

$$\overline{\sigma_d \cdot N_d} = \int (\sigma_d^{pd} \cdot n_d^{pd} + \sigma_d^{ad} \cdot n_d^{ad}) dz. \quad (3.41)$$

Dabei stehen die oberen Indizes pd und ad für Punktdefekte bzw. ausgedehnte Defekte.

Auch die Form der Schadensprofile und die Tiefe der Schädigung ändert sich mit der Implantationstemperatur. Im oberflächennahen Bereich, bei Energien der Analyseionen zwischen 510 und 570 keV ist bei 570 K die Ausbeute deutlich kleiner als bei 300 K. Die

### 3.1 MESSMETHODEN

Lage des Maximums des Schadenpeaks bei 570 K verschiebt sich zu kleineren Energien als bei 300K.

#### Zusammenfassung

Für kleine Fluenzen ( $\Phi < \Phi_A^{RBS-c}/2$ ) sind die Meßfehler so groß, daß die Dechannelinganalyse keine zuverlässige Aussage über die Defektart liefern kann. Zuverlässige Aussagen können nur für  $\Phi \geq \Phi_A^{RBS-c}/2$  getroffen werden.

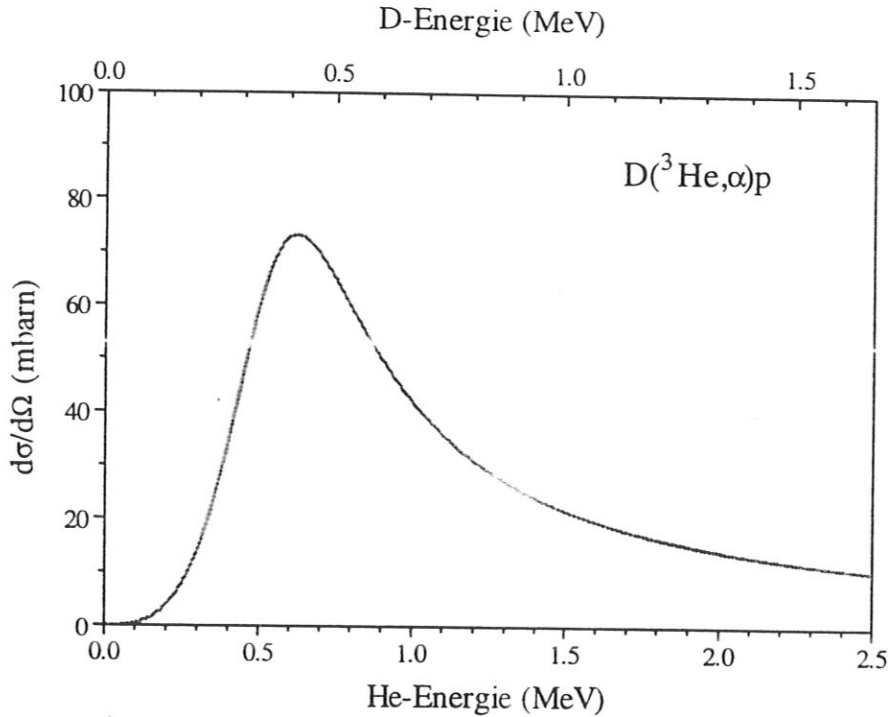
Bei 300 K lassen sich auf Grund der Energieabhängigkeit von  $\sigma_d \cdot N_d$  nur kleine Unterschiede der Defektarten bei Implantation von Helium und Deuterium feststellen. Bei der Untersuchung der Bildung von Defekten durch die Implantation von Wasserstoff bei 300 K mit TEM wird die Bildung von Versetzungsringen und eine hohe Konzentration von kleinen Clustern beobachtet [Wood 1983, Chu 1976]. Bei der Implantation von Helium bei 300 K wird außer der Bildung von Versetzungsringen und kleinen Clustern die Bildung von Blasen und Hohlräumen (*cavities*) beobachtet [Wood 1983, Oshima 1991]. Der größte Unterschied zwischen Helium- und Wasserstoffimplantation bei dieser Temperatur ist die Bildung von Blasen und Hohlräumen. Dieser Unterschied läßt sich mit der Dechannelinganalyse nicht feststellen. Für beide Ionensorten liegt die Energiabhängigkeit für Fluenzen  $> \Phi_E^{RBS-c}$  in der Nähe von  $E^{-0.5}$ , die etwa mit der vorausgesagten Abhängigkeiten für Punktdefekte übereinstimmt (siehe Tab 3.1).

Deutliche Unterschiede zeigt die Dechannelinganalyse an mit He implantiertem Si bei verschiedenen Temperaturen. Die Exponenten B der Energie  $E_0$  sind bei 570K um einen Faktor 0.3 bis 0.5 kleiner als bei 300K. Dieser Unterschied ermöglicht allerdings keine direkte

Bestimmung der Defekttypen. Bei TEM Untersuchungen von mit He implantiertem Si bei Temperaturen  $\geq 300K$  wurde beobachtet, daß mit der Temperatur die Konzentration der ausgedehnten Defekte wächst und die der Punktdefekte abnimmt [Kótai 1987]. Durch Dechannelinganalyse kann man Konzentrationsänderungen von ausgedehnten Defekten und Punktdefekten beobachten. Dies ist allerdings auch durch die Beobachtung des Verhältnisses des Schadenpeaks zum Dechannelinghintergrund möglich.

#### 3.1.4. Kernreaktionsanalyse

Die Rutherforddrückstreuanalyse ist eine sehr empfindliche Methode, um kleinste Konzentrationen von schweren Atomen auf leichten Substraten zu bestimmen. Homogene Verteilungen von leichten Elementen in schweren Substraten können dagegen nur schwer bestimmt werden. In diesen Fällen können ioneninduzierte Kernreaktionen Auskunft über die Tiefenverteilung der leichten Elemente geben. Dabei entstehen hochenergetische geladene Teilchen oder  $\gamma$ -Strahlen, die nachgewiesen werden können. Die Wirkungsquerschnitte von Kernreaktionen sind in der Regel sehr komplex. Es gibt Bereiche monotoner Energieabhängigkeit und solche, in denen Resonanzen auftreten. Abb. 3.14 zeigt den Wirkungsquerschnitt für die Reaktion  ${}^3\text{He}(\text{D},\text{p})\alpha$  in Abhängigkeit von der Deuterium- bzw. der Helium-3-Energie. Diese Reaktion wurde in dieser Arbeit verwendet, um Flächendichten und Tiefenprofile von implantiertem Deuterium und Helium zu bestimmen. Dabei entstehen sowohl Protonen wie Alpha-Teilchen, die gleichzeitig oder einzeln nachgewiesen werden.



**Abb. 3.14** Wirkungsquerschnitt für die Kernreaktion  $D(^3\text{He},\alpha)p$  in Abhängigkeit von der Energie des  $^3\text{He}$ .

### 3.1.5 Thermische Desorptionsanalyse (TDS)

Die thermische Desorptionsanalyse (TDS) erlaubt die Bestimmung der Desorptionsparameter von adsorbierten Atomen, also die Aktivierungsenergie, der Grad der Desorptionsreaktion und die Besetzung der einzelnen Phasen. Ihre Grundlagen sind in Arbeiten von Redhead und Farrell beschrieben [Redhead 1962, Farrell 1966]. Bei dieser Meßmethode wird eine Probe, die mit adsorbierten Molekülen bedeckt ist, im Vakuum gleichmäßig aufgeheizt. Die Desorptionsprodukte werden in einem Massenspektrometer nachgewiesen. Die Desorptionsrate pro Flächeneinheit ist gegeben durch [Redhead 1962]:

$$N(t) = -\frac{d\sigma}{dt} = v_n \sigma^n \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (3.42)$$

Dabei ist

$n$	die Ordnung der Desorptionsreaktion
$\sigma$	die Flächenbedeckung (Moleküle pro $\text{cm}^2$ )
$v_n$	eine Konstante
$E_a$	die Aktivierungsenergie der Desorption.

Wenn die Temperatur einen linearen Anstieg hat, so daß  $T=T_0+\beta t$  gilt, wobei  $\beta$  die Aufheizrate und  $T_p$  die Temperatur, bei der die Desorptionsrate ein Maximum hat, sind, bekommt man für  $n=1$  [Redhead 1962]:

### 3.1 MESSMETHODEN

$$\frac{E_a}{R T_p} = \left( \frac{v_1}{\beta} \right) \cdot \exp\left( \frac{E_a}{R T_p} \right) \quad (3.43)$$

Für  $10^{13} \text{ K}^{-1} > v_1/\beta > 10^8 \text{ K}^{-1}$  kann  $E_a$  annähernd gegeben werden durch:

$$\left( \frac{E_a}{R T_p} \right) = \ln\left( \frac{v_1 T_p}{\beta} \right) - 3.64 \quad (3.44)$$

Die Konstante  $v_1$  kann durch  $10^{13} \text{ sec}^{-1}$  angenähert werden [Redhead 1962].

Für diffusionsbegrenzte Freisetzung bekommen Farrell und Carter [Farrell 1966] folgender Ausdruck für die Aktivierungsenergie  $E$  der Diffusion in Abhängigkeit der Temperatur  $T_p$ , bei der die Desorption ein Maximum hat:

$$\frac{E}{R T_p} = \left( \frac{v_1}{p^2 \cdot \beta} \right) \cdot \exp\left( \frac{E}{R T_p} \right), \quad (3.45)$$

wobei  $p$  die Tiefe ist, in der sich die Atome befinden.

Bei unseren Desorptionsexperimenten wurde die Temperatur stufenweise erhöht. Um die Aktivierungsenergie zu berechnen, kann die stufenweise Temperaturerhöhung durch einen linearen Anstieg angenähert werden.

## 3.2. Experimenteller Aufbau

Alle Messungen dieser Arbeit wurden an der Beschleunigeranlage des Max-Planck-Instituts für Plasmaphysik in Garching durchgeführt. Für die Implantation der niederenergetischen Ionen stand der PHARAO-Beschleuniger [Behrisch 1967] mit Beschleunigungsspannungen zwischen 10 und 150 kV zur Verfügung. Für die Analyse mit hochenergetischen Ionen (H, D,  $^3\text{He}$  und  $^4\text{He}$ ) stand ein Van-de-Graaff-Generator mit Beschleunigungsspannungen zwischen 400 kV und 2.6 MV zur Verfügung.

Abb. 3.15 zeigt die Probenkammer im Schnitt von oben. Sie besteht aus einem Zwei-Achsen-Goniometer, Teilchendetektoren und der Strahloptik. Die Kammer wird mittels einer Turbomolekularpumpe auf ca.  $10^{-7}$ - $10^{-8}$  Torr evakuiert. Zusätzlich kann eine Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff gefüllt werden, um den Restgasdruck zu erniedrigen. Das Goniometer hat eine Einstellgenauigkeit von  $0.01^\circ$ . Es ist über eine Widerstandsheizung für eine Dauer von 5 Minuten auf 1100 K heizbar. Mit dieser Anordnung sind sowohl Hochtemperatur-Implantationsexperimente als auch in-situ Ausheilexperimente durchführbar. Die Temperatur wird mittels eines Thermoelementes gemessen, welches an der Oberfläche des Targets angebracht wird. Bei Temperaturen oberhalb von 950 K wird die Temperatur

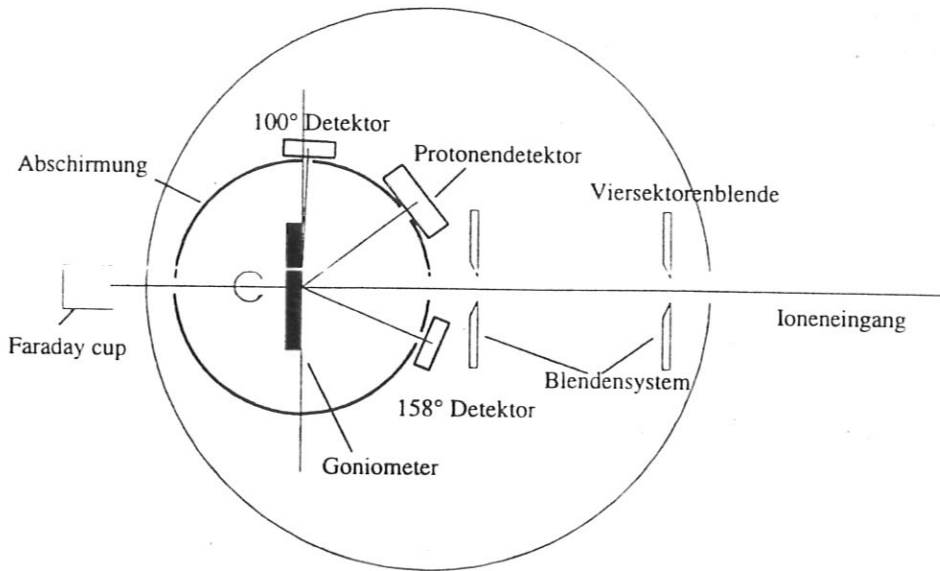


Abb. 3.15 Experimenteller Aufbau

zusätzlich durch optische Pyrometrie bestimmt. Die Genauigkeit der Temperaturmessung wird zu 3-5% abgeschätzt.

Der Targethalter mit dem Goniometer ist von einem Käfig zur Unterdrückung von Sekundärelektronen umgeben, der negativ gegenüber dem Targethalter mit -240 V vorgespannt ist. Durch den Käfig werden Sekundärelektronen, die im Target durch Ionenbeschuss entstehen, unterdrückt. Er ist mit Öffnungen versehen, die den einfallenden Ionenstrahl und die rückgestreuten Ionen durchlassen. Die auf das Target geschossene Ladung wird mit einem Stromintegrator gemessen, der an den Targethalter angeschlossen ist.

Außerhalb des Käfigs befinden sich Teilchendetektoren unter Streuwinkeln von  $158^\circ$ ,  $100^\circ$  und  $150^\circ$ . Sie sind in einer Ebene mit dem einfallenden Strahl senkrecht zur Targetdrehachse angeordnet. Der Detektor unter  $158^\circ$  dient zur Aufnahme der RBS-c Spektren. Unter  $100^\circ$  werden Tiefenprofile der implantierten Teilchen gemessen. Der Detektor unter  $150^\circ$  ist mit einer  $10\ \mu\text{m}$  dicken Stahlfolie abgedeckt und dient dem Nachweis von Protonen hoher Energie, die bei der Kernreaktionsanalyse entstehen. Rückgestreute Ionen werden von der Folie absorbiert.

In der Ioneneingangsbahn befinden sich drei Blenden, die sowohl vom Implantationsstrahl als auch vom Analysestrahl durchlaufen werden. Die Eingangsblende mit einem Durchmesser von  $\varnothing=3\ \text{mm}$  besteht aus vier Sektoren und dient zur Ausrichtung des Strahles. Dahinter liegen zwei strahlbegrenzende Blenden mit Durchmessern von  $\Phi=3\ \text{mm}$  bzw.  $\Phi=2\ \text{mm}$ . Die letzte Blende kann durch eine Blende mit  $\Phi=1\ \text{mm}$  ersetzt werden, die die Analyse im zentralen Teil des implantierten Bereiches ermöglicht.

Um eine homogene Implantation zu erreichen, kann der Strahl mittels magnetischer Ablenkung vertikal geschwenkt werden. Aufgrund von Halbschatteneffekten hat der implantierte Fleck

## 3.2 EXPERIMENTELLER AUFBAU

einen homogenen zentralen Bereich etwa 1.8 mm Durchmesser und eine Halbschattenzone bis zu einem Durchmesser von 2.2 mm. Die Homogenität der Implantationsstrahldichte im zentralen Bereich beträgt etwa 10-20%. Um homogene Implantationsstromdichten zu erhalten, wurden Implantationsströme von 100-200 nA verwendet. Die implantierte Fluenz wurde durch die aufgesammelte Ladung und die Implantationsfläche bestimmt.

### 3.2.1 Verlauf der Messungen

Nach Einbau wurde die Probe bei einem Vakuum von besser als  $10^{-7}$  Torr ausgerichtet. Für HOPG erfolgte eine grobe Ausrichtung mit Hilfe eines Justierlasers. Für die genaue Ausrichtung wurde der MeV-Strahl verwendet. Bei den kubischen Proben wurde die Ausrichtung nach der von Chu beschriebenen Methode mit RBS-c gemacht [Chu 1978]. Die Probe wurde so gestellt, daß der Analysestrahl unter einem Winkel von etwa  $4^\circ$  zur Oberflächennormale einfällt. Danach wurde die Rückstreuerausbeute am Kristall in Abhängigkeit des Drehwinkels  $\phi$  bestimmt. Aus den auftretenden Minima ergeben sich die Gitterführungsrichtungen. Bei HOPG wurde in der Regel der für die Ausrichtung verwendete Fleck nicht weiter benutzt, da er durch die Ausrichtung bereits geschädigt worden war.

Nach der Ausrichtung wurden die Spektren für die unbeschädigte Probe gemessen. Dann wurde stufenweise an dieser Position bis zur höchsten Fluenz implantiert. Zwischen jeder Implantationsstufe erfolgten eine oder mehrere Analysen. Sie wurden alle bei Zimmertemperatur ( $T < 330$  K) durchgeführt. Für Implantationsexperimente bei hoher Temperatur wurde die Probe abgekühlt bevor sie gemessen wurde.

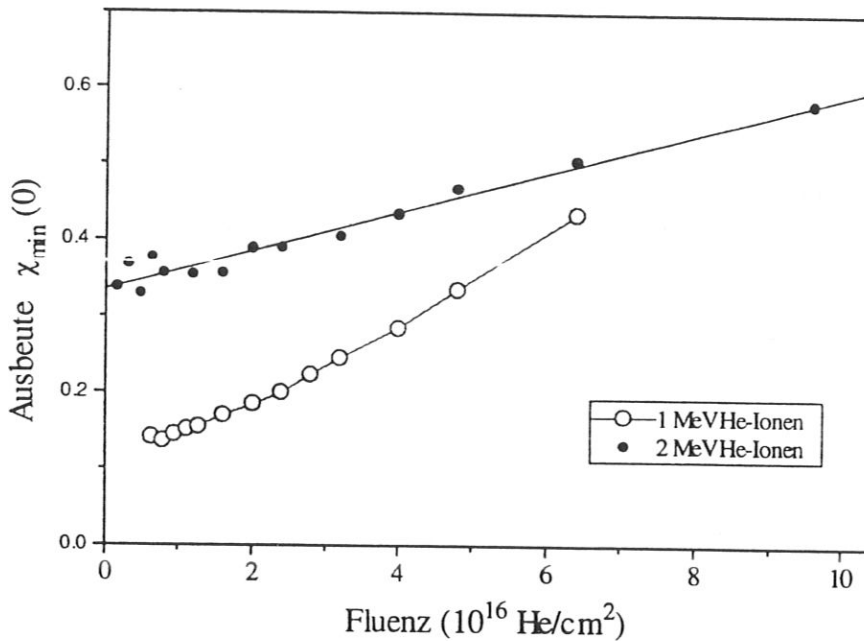
Die Randspektren wurden in der Regel zuletzt gemessen. Falls dies möglich war, wurde dafür eine unbeschossene Stelle verwendet. An HOPG wurde das Randspektrum an einer Probe, die um etwa  $4^\circ$  gegen die Gitterführungsrichtung gekippt wurde, gemessen. Für kubische Proben wurde das Randspektrum durch Kippung der Probe um  $6^\circ$  gegen die Gitterführungsrichtung und zusätzliche kontinuierliche Drehung während der Analyse gewonnen.

### 3.2.2 Meßfehler

#### Systematische Fehler

Die wesentliche Unsicherheit bei der Bestimmung der implantierten Fluenzen ergibt sich aus folgenden Gründen: a) die Abweichung von der Homogenität des implantierten Strahls, b) die Form und Größe des Implantationsflecks und c) Fehler bei der Bestimmung des integrierten Stromes. Die erste Ursache wird durch vertikales Schwenken des Strahles verringert. Die zwei andere Ursachen können innerhalb des gegebenen Aufbaues wenig beeinflußt werden. Insbesondere die Strommessung wird durch die Ausbeute der sekundären Elektronen aus der Probe beeinflußt. Die Form und Größe des implantierten Flecks wurde optisch mit einer maximalen Genauigkeit von  $\pm 20\%$  bestimmt.

Für die Implantation bei hohen Temperaturen können thermische Effekte zu Thermospannungen führen, die eine Verfälschung der Strommessung ergeben können. Bei hohen Temperaturen wird auch die Leitfähigkeit der Isolatoren verändert. Dadurch können Restströme die Messung beeinflussen. Der gesamte Fehler aus diesen Quellen kann nur aus



**Abb. 3.16** Abhängigkeit der Minimalausbeute für 1 und 2 MeV Analyse in HOPG von der Analysefluenz bei 300 K.

dem Vergleich der Implantationszeiten bei hohen Temperaturen und bei Zimmertemperatur abgeschätzt werden. Der Unterschied ist kleiner als 10%.

Der Analysestrahl kann auch die zu analysierenden Materialien verändern.. Abb. 3.16 zeigt die RBS-c Ausbeute  $\chi$  von 1 MeV und 2 MeV  $^4\text{He}$ -Ionen in Abhängigkeit von der Analysefluenz in HOPG bei 300 K. Ein größerer Einfluß auf die Minimalausbeute ist beim 1 MeV Strahl zu beobachten, während er für 2 MeV geringer ist. Jedenfalls ist der Fehler für Fluenzen unter  $10^{16} \text{ He/cm}^2$  kleiner als einige Prozente. Deshalb wurden für die Analyse möglichst kleine Fluenzen verwendet (in der Regel  $1.5 \cdot 10^{15} \text{ He/cm}^2$ ).

Bei Analysetemperaturen über 600 K ist der Einfluß des Heliumstrahls auf HOPG sehr stark, so daß die Analyse unmöglich wird [Siegele 1991]. Deshalb wurden alle Messungen oberhalb von 600 K mit Wasserstoffionen durchgeführt, die keinen Einfluß auf HOPG zeigten. Ein Einfluß des Analysestrahls (He oder H) bei Si oder SiC konnte bis zu Fluenzen von  $1.5 \cdot 10^{16} \text{ He/cm}^2$  nicht festgestellt werden.

Der Einfluß des Analysestrahls auf die Bestimmung der implantierten Teilchen mit der Kernreaktionsanalyse wurde durch Wiederholung der Analysen untersucht. Dabei konnte kein Einfluß innerhalb der statistischen Fehler für die verwendeten Materialien festgestellt werden.

Die Energieauflösung der Detektoren von etwa 20 keV für 1 MeV  $^4\text{He}$ -Ionen stellt eine Grenze für die Tiefenauflösung bei Analysen unter Streuwinkeln von  $158^\circ$  und  $100^\circ$  dar. Bei  $158^\circ$  beträgt sie etwa 50 nm für die RBS-c Analyse mit He-Ionen. Die Tiefenauflösung für die Analyse mit Wasserstoffionen unter diesem Winkel ist deutlich schlechter. Darum wurden einige der Messungen mit Wasserstoff unter  $100^\circ$  durchgeführt.

## 3.2 EXPERIMENTELLER AUFBAU

Ein weiterer systematischer Fehler ergibt sich aus den unterschiedlichen Energieverlusten auf geführten und nichtgeführten Bahnen, die in Kapitel 3.1.2.1 geschildert wurden. Der hieraus resultierende Fehler beeinflusst die Bestimmung der Tiefenverteilung der Schäden.

### Statistische Fehler

Die statistischen Fehler beeinflussen die Bestimmung sowohl der Strahlenschäden als auch der aufgesammelten Teilchenmengen. Um die statistischen Fehler bei der Kernreaktionsanalyse klein zu halten, wurden größere Fluenzen als für die RBS-c Analyse verwendet. Für die RBS-c Messung wurde ein Kompromiß zwischen Raumwinkel des Detektors und Streuwinkel gemacht. So wurde ein Raumwinkel von 7 msr bei 158° erreicht.

Eine wichtige Fehlerquelle stellt die rechnerische Modellierung des Dechanneling-Hintergrundes dar, weil in diesem Verfahren die Grenzen  $R_a$  und  $R_b$  der geschädigten Tiefe manuell bestimmt werden. Diese Bestimmung wird durch die statistischen Fehler verfälscht. Dadurch wird sowohl die Tiefenverteilung der Strahlenschäden als auch die integrale Schadenanzahl beeinflusst.

### 3.2.3 Probenpräparation

Von den HOPG-Proben wurden mit einem Selbstklebeband die oberen Lagen abgetragen bis eine stufenlose und glatte Oberfläche zurückgelassen wurde.

Die Silizium- und Siliziumkarbid-Proben wurden in der Regel ohne weitere Behandlung eingebaut. Nur in einzelnen Fällen wurde die Oberfläche durch Eintauchen in Flußsäure (10% HF) für etwa eine Minute behandelt.

Die Diamant-Proben bedurften einer besonderen Behandlung, um sie von den Silikonölen, die bei der Politur verwendet werden, zu befreien. Zuerst wurden die Proben in einer zwanzigprozentigen Deconlösung im Ultraschallbad für etwa 30 Minuten gereinigt. Danach wurden sie nacheinander mit Wasser und Ethylen im Ultraschallbad gesäubert.



## 4. Ergebnisse

### 4.1. Graphit

Die Untersuchungen an HOPG bilden zwei Gruppen:

a) Die Untersuchung der Strahlenschädenerzeugung durch Heliumbeschuß und des Ausheilens der Strahlenschäden. Dazu wurden  $^3\text{He}$  und  $^4\text{He}$  Ionen bei Substrattemperaturen von 300 und 720 K implantiert. Es wurden nur Messungen mit Helium durchgeführt, da umfangreiche Messungen mit Deuterium bereits von R. Siegele [Siegele 1991, Siegele 1993] vorlagen. Die Implantationsenergie von 20 keV für  $^4\text{He}$  wurde gewählt, damit die mittlere Reichweite mit der von 8 keV Deuterium aus den Messungen von Siegele übereinstimmt. Die Implantationen von  $^3\text{He}$  wurden durchgeführt, um einen Zusammenhang der Schädigung mit den Einfangs- und Desorptionsmechanismen feststellen zu können.

b) Die Untersuchung des Einfangs und der Desorption von Helium. Sie wurde ausschließlich mit  $^3\text{He}$ -Ionen durchgeführt, um die implantierten Ionen mit der Kernreaktionsanalyse nachweisen zu können.

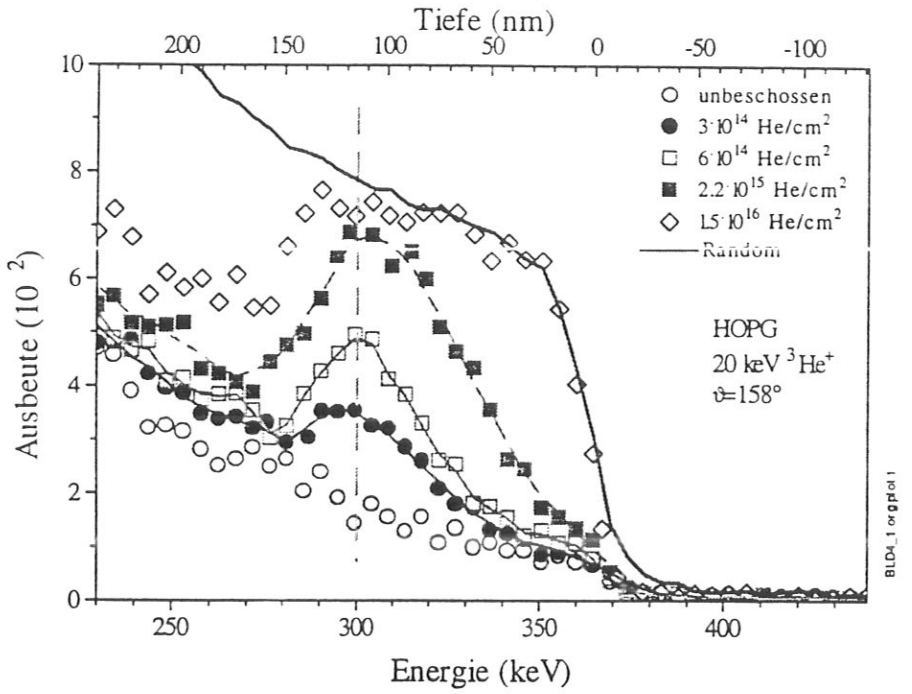
#### 4.1.1. Strahlenschädenerzeugung

##### 4.1.1.1 Heliumimplantation bei 300 K

Zur Bestimmung der Strahlenschädenerzeugung von 20 keV  $^3\text{He}$ -Ionen in HOPG bei Zimmertemperatur wurde eine Probe stufenweise mit Fluenzen bis zu  $6 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> parallel zur c-Achse implantiert. Die Strahlenschädenmessung erfolgte, wie im Kapitel 3 beschrieben, nach jedem Implantationsschritt durch RBS-c Analyse mit  $^3\text{He}$  bzw.  $^4\text{He}$  Ionen. Abb. 4.1a) zeigt RBS-c Spektren für einige ausgewählte Implantationsschritte zwischen  $3 \cdot 10^{14}$  und  $1.5 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup>, die mit 1 MeV  $^3\text{He}$  unter einem Winkel von  $\vartheta = 158^\circ$  gemessen wurden. Die Entwicklung der Schädigung mit der Fluenz kann mit Hilfe der Parameter  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$ ,  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  und  $A_d^{\text{RBS-c}}$  beschrieben werden (siehe Kap. 3). Schon bei einer Fluenz von  $3 \cdot 10^{14}$  He/cm<sup>2</sup> ist ein Schadenpeak bei Rückstreuenergien zwischen 280 und 350 keV zu erkennen (Abb. 4.1.a)). Mit zunehmender Fluenz nimmt die Höhe des Peaks zu, bis die Randomhöhe bei  $\Phi_A^{\text{RBS-c}} = 2.2 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> erreicht wird. Durch weitere Implantation verbreitert sich der Strahlenschadenpeak im wesentlichen zur Oberfläche hin, während sich die innere Flanke nur leicht zu größeren Tiefen verschiebt.

## 4.1 GRAPHIT

a)



b)

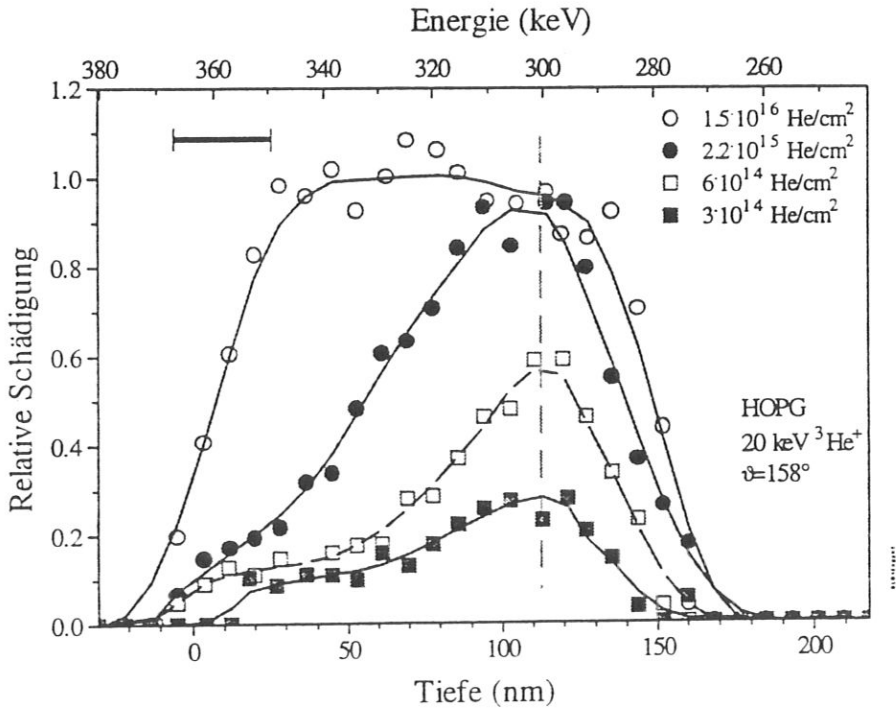


Abb. 4.1 a) RBS-c Spektren für die Implantation von 20 keV  $^3\text{He}$ -Ionen in HOPG bei 300 K parallel zur c-Achse. Die Analyse wurde mit 1 MeV  $^3\text{He}$ -Ionen und  $\vartheta=158^\circ$  durchgeführt. b) Tiefenverteilung der Schädigung aus den RBS-c Spektren von a) Der Waagerechte Strich stellt die Tiefenaufösung dar.

Ionenart.	Temperatur (K)	$\Phi_A^{RBS-c}$	$\Phi_E^{RBS-c}$
20 keV $^4\text{He}$	300	$(1\pm 0.3)\cdot 10^{15}$	$(1\pm 0.3)\cdot 10^{16}$
	720	~	$(1.5\pm 0.5)\cdot 10^{16}$
20 keV $^3\text{He}$	300	$(2\pm 0.5)\cdot 10^{15}$	$2\pm 0.5\cdot 10^{16}$
	720	~	$(1.3\pm 0.3)\cdot 10^{16}$

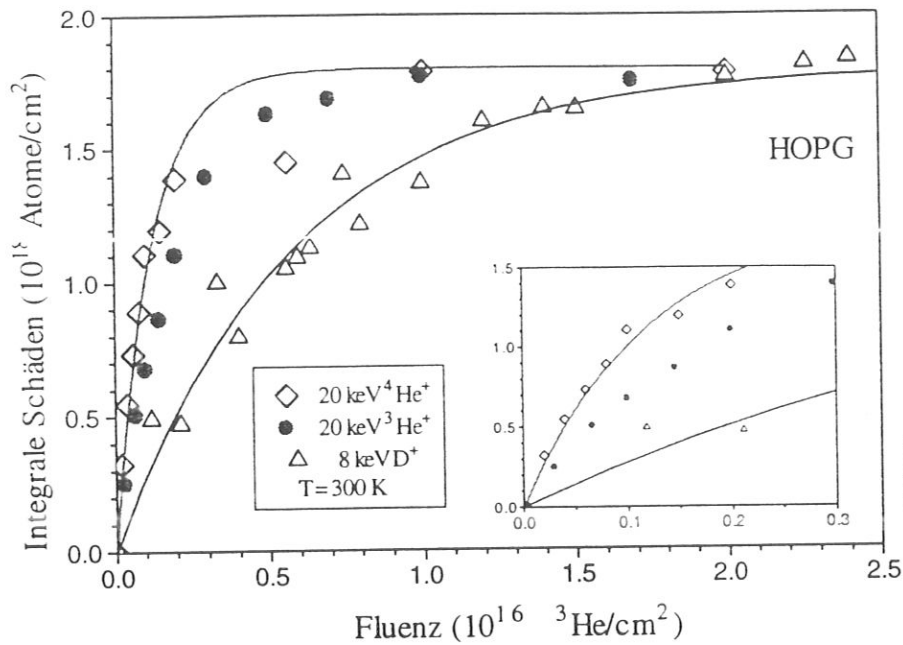
**Tab. 4.1** Werte für die Fluenzen  $\Phi_A^{RBS-c}$  und  $\Phi_E^{RBS-c}$  für die Implantation von Helium in HOPG bei 300 K und 720 K.

Bei einer Fluenz von  $\Phi_E^{RBS-c} = 1.5\text{-}2\cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> wird die Randomhöhe in der gesamte Implantationstiefe erreicht. Währenddessen hat der Dechanneling-Hintergrund stetig zugenommen. Aus den RBS-c Spektren (Abb. 4.1.a)) wurden die Tiefenverteilungen der Schädigung berechnet (siehe Kap. 3.1.2), die in Abb. 4.1.b) gezeigt werden. Es ist zu erkennen, daß für Fluenzen  $< \Phi_A^{RBS-c}$  die Schädigung bei einer Tiefe von etwa 110 nm ein Maximum hat.

Auf Grund der unterschiedlichen Qualität der HOPG-Proben sowie der Unterschiede der präparierten Oberflächen (siehe Kapitel 3.2) sind die Fluenzen  $\Phi_A^{RBS-c}$  und  $\Phi_E^{RBS-c}$  von Probe zu Probe unterschiedlich. Um einen zuverlässigen Vergleich mit TEM-Ergebnissen, mit RBS-c Ergebnissen für die Implantation von Deuterium [Siegele 1991] und mit Modellrechnungen machen zu können, wurden Strahlenschädenmessungen an mehreren Proben durchgeführt. Auf diese Weise konnten die Mittelwerte  $\Phi_A^{RBS-c} = (2 \pm 0.5)\cdot 10^{15}$  bzw.  $\Phi_E^{RBS-c} = (2 \pm 0.5)\cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> bestimmt werden. Diese Werte sind in Tabelle 4.1 zusammengefaßt.

Zur Bestimmung der Strahlenschädenerzeugung durch die Implantation von 20 keV  $^4\text{He}$ -Ionen wurden mehrere Proben stufenweise implantiert und mit RBS-c analysiert. Der Schadenpeak entwickelt sich ähnlich wie bei  $^3\text{He}$ , die Fluenzen  $\Phi_A^{RBS-c}$  und  $\Phi_E^{RBS-c}$  sind jedoch niedriger und die Zahl der erzeugten Defekte pro einfallendes Ion  $A_d^{RBS-c}$  ist größer.

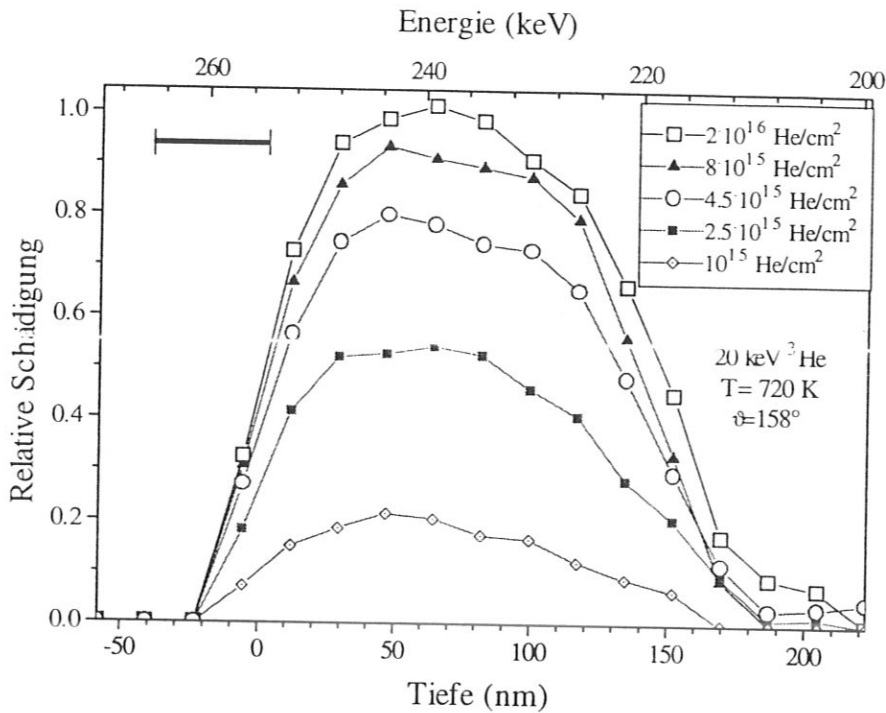
Abb. 4.2 zeigt das Anwachsen der integralen Schädigung als Funktion der Fluenz für die Implantation von  $^3\text{He}$ -,  $^4\text{He}$ - und D-Ionen bei 300 K. Die Daten für Deuterium sind aus [Siegele 1991] entnommen. Die Anfangssteigung, aus der die Anzahl  $A_d^{RBS-c}$  der Defekte pro einfallendes Ion bestimmt wird, nimmt mit der einfallenden Ionenart in der Reihenfolge  $^4\text{He}$ ,  $^3\text{He}$ , D ab (Tab. 4.2).



**Abb. 4.2** Integrale Schäden in Abhängigkeit von der Fluenz für die Implantation von <sup>4</sup>He, <sup>3</sup>He und D in HOPG bei 300 K. Daten für Deuterium aus [Siegele 1991].

Ionenart	$A_d^{RBS-c}$	
	300 K	720 K
<sup>4</sup> He (20 keV)	1160 ± 150	(410 ± 20)*
<sup>3</sup> He (20 keV)	490	(240 ± 20)*
D (8 keV)	256	14 ± 7 (773 K)

**Tab. 4.2** Anzahl der gebildeten Defekte pro Ion  $A_d^{RBS-c}$  für die Implantation von Helium und Deuterium in HOPG bei 300 K und 720 K bzw. 773 K. Deuterium Daten aus [Siegele 1991]. \* vermutlich gebildet durch Blistering.

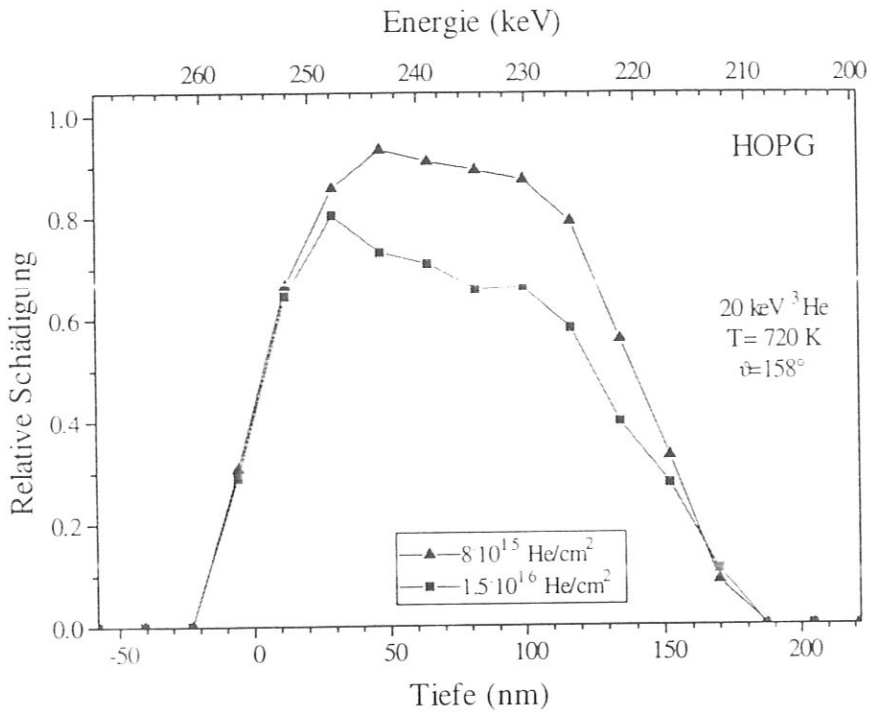


**Abb. 4.3** Tiefenverteilung der Schädigung für die Implantation von 20 keV <sup>3</sup>He-Ionen in HOPG bei 720 K parallel zur c-Achse. Die Analyse erfolgte mit 500 keV D-Ionen und  $\vartheta = 100^\circ$ .

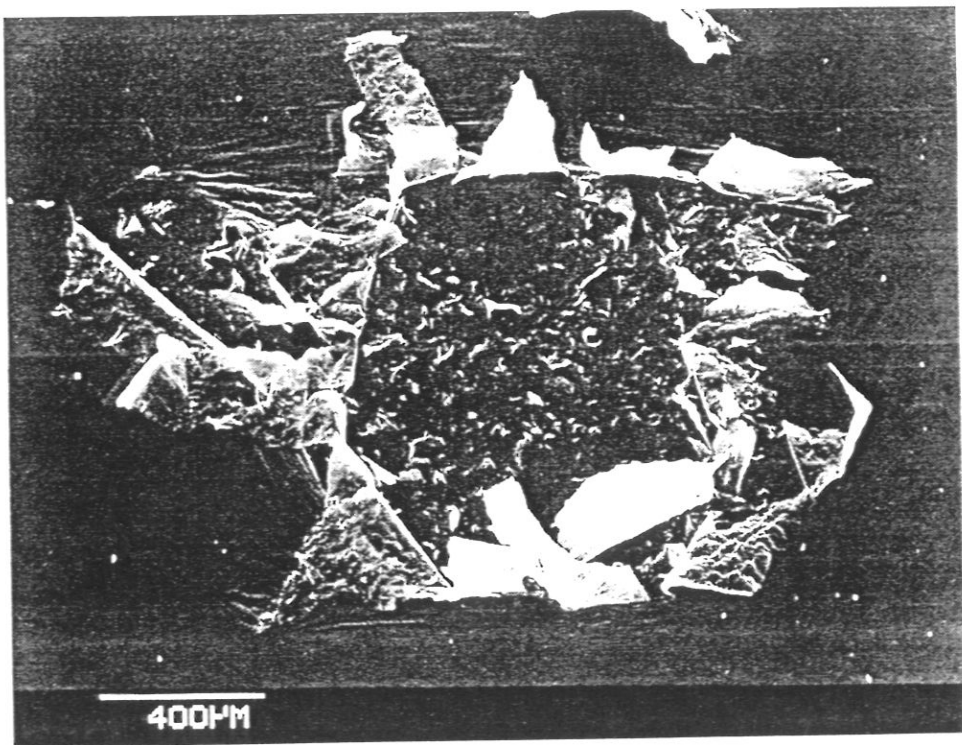
#### 4.1.1.2 Heliumimplantation bei 720 K

Die Temperatur von 720 K wurde aus zwei Gründe gewählt: Einerseits ist sie hoch genug, daß schon Ausheilen von Strahlenschäden während des Beschusses zustande kommt [Siegele 1991], andererseits ist sie niedrig genug, um mit dem vorhandenen Goniometer Langzeitimplantationen durchführen zu können.

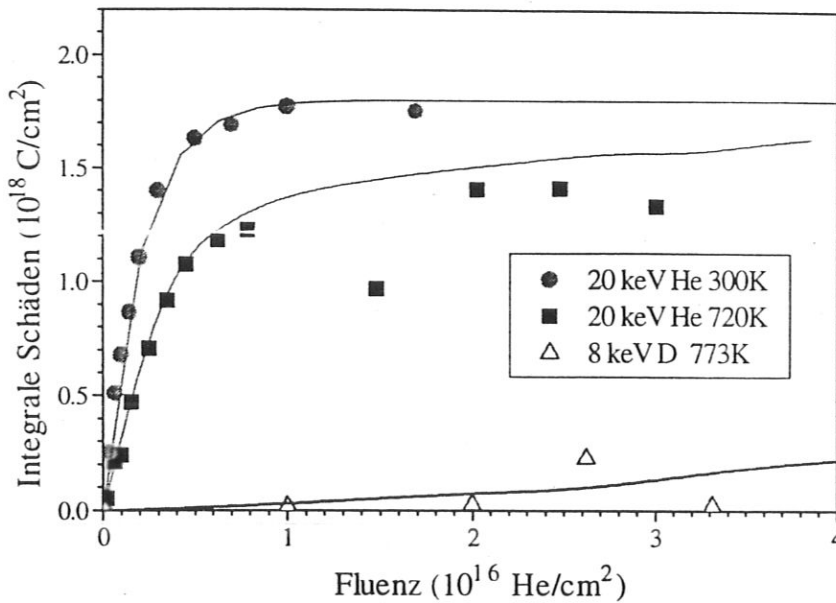
Abb. 4.3 zeigt die Entwicklung der Schädigung bei der Implantation von 20 keV <sup>3</sup>He in HOPG bei 720 K. Die Analyse wurde mit 500 keV D<sup>+</sup> unter einem Winkel von  $\vartheta = 158^\circ$  durchgeführt, da Heliumanalysen bei Hochtemperaturimplantationen nicht verwendet werden können (siehe Kap. 3.2). Dies hat allerdings den Nachteil, daß die Tiefenauflösung schlechter ist als für die Heliumanalyse. Anders als bei 300 K erhöht sich hier die Schädigung vom Beginn der Implantation an gleichförmig über die gesamte implantierte Tiefe. Die Schädigung nimmt mit der Fluenz gleichförmig zu bis bei  $8 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> eine relative Schädigung von 90% erreicht wird. Für den nächsten Implantationsschritt wurde eine Abnahme der Schädigung beobachtet (Abb. 4.4), die auf ein erstes Abblättern des Beschußflecks (Abb. 4.5) zurückzuführen ist. Die abgeblätterte Schicht hat eine Dicke von etwa 200 nm, die mit der Reichweite der Ionen im Material übereinstimmt. Die Randomhöhe wird deswegen erst bei einer Fluenz von  $2-4 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> nach mehrfachem Abblättern erreicht.  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  wird in diesem Fall durch Extrapolation der Ausbeuten bei Implantationsfluenzen  $\leq 8 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> bestimmt. Auf diese Weise erhält man  $\Phi_E^{\text{RBS-c}} = 1-1.5 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup>.



**Abb. 4.4** Abnahme der Schädigung nach Abblättern der implantierten Oberfläche. Messungen mit 500 keV D-Ionen unter einem Winkel von  $\vartheta=158^\circ$ .



**Abb. 4.5** Abblättern der HOPG Oberfläche durch Implantation von Helium bei 720 K.



**Abb. 4.6** Entwicklung der integralen Strahlenschäden in Abhängigkeit von der Fluenz für die Implantation von Helium in HOPG bei 300 K und 720 K und von Deuterium bei 773 K. Daten für Deuterium aus [Siegele 1991].

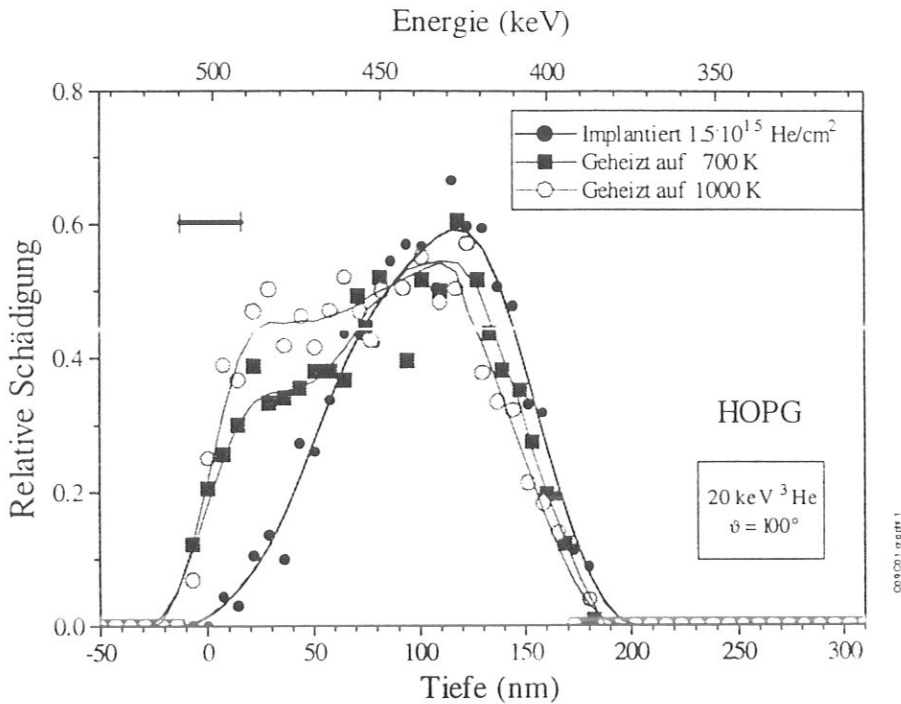
Da die Randomhöhe nicht wie bei 300 K zuerst bei der Tiefe des Maximums der Schädigung, sondern gleichzeitig über die gesamte geschädigte Tiefe erreicht wird, kann eine Fluenz  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  nicht bestimmt werden. Für die Implantation von  $^4\text{He}$  bei 720 K wurde  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  auf die gleiche Weise bestimmt wie für  $^3\text{He}$  (Tabelle 4.1).

Die Anfangssteigung der integralen Schädigung hängt von der Targettemperatur ab. Dies ist durch Vergleich der Implantationen bei 300 K und 720 K in Abb. 4.6 gezeigt. Der Wert für  $A_d^{\text{RBS-c}}$  ist bei 720 K nur halb so groß wie bei 300 K. Die kleinere Strahlenschädenproduktionsrate ist auf das Ausheilen während des Beschusses zurückzuführen. Im Vergleich dazu wachsen die Strahlenschäden durch die Implantation von Wasserstoff bei 773 K (Abb. 4.6) noch wesentlich langsamer.

### 4.1.2 Thermische Behandlung der implantierten Proben

Ein wesentliches Unterscheidungsmerkmal von Strahlenschäden ist ihr thermisches Ausheilverhalten. Generell heilen große und komplizierte Defektkomplexe weniger gut aus als kleine Einzeldefekte. Daher ist zu erwarten, daß Strahlenschäden, die bei niedrigen Temperaturen erzeugt werden, besser ausheilen als diejenige, die bei hohen Temperaturen

## 4.1 GRAPHIT



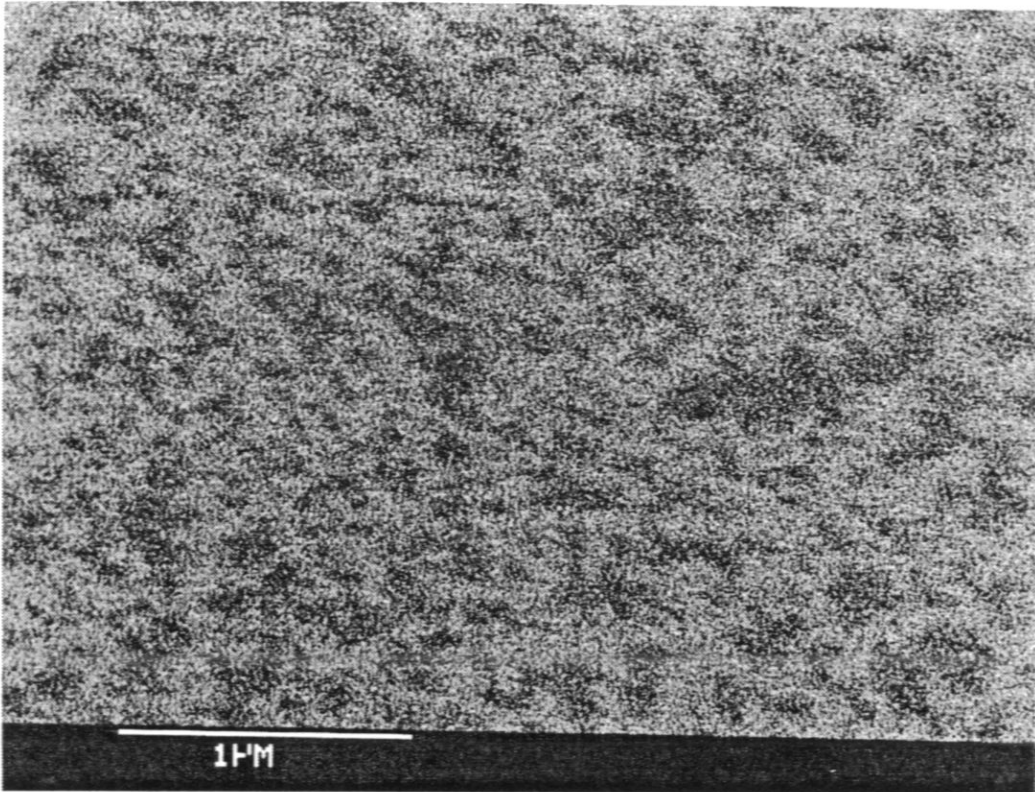
**Abb. 4.7** Thermische Entwicklung des Schädigungsprofils einer HOPG Probe implantiert mit  $1.5 \cdot 10^{15} \text{ He/cm}^2$  bei 300 K und aufgeheizt auf 700 und 1000 K. Die Analysen wurden mit 600 keV H-Ionen unter einem Winkel von  $\vartheta=100^\circ$  durchgeführt.

erzeugt werden. Abb. 4.7 zeigt die Entwicklung der Strahlenschäden, die durch die Implantation von  $1.5 \cdot 10^{15} \text{ He/cm}^2$  ( $\langle \Phi_A^{\text{RBS-c}} \rangle$ ) bei 300 K erzeugt wurden, bei anschließendem Heizen. Unterhalb von 600 K wird keine Änderung des Schadenprofils beobachtet. Bei 700 K verbreitert sich der Peak zur Oberfläche hin. Für weiter steigende Temperatur nimmt die Breite des Peaks immer mehr zu. Im Gegensatz zum Ausheilverhalten von Metallen und Halbleitern nimmt das Strahlenschädenintegral von mit Helium implantiertem HOPG mit der Temperatur zu. An der Oberfläche treten dabei Blister auf (Abb. 4.8). Vor dem Aufheizen ist die implantierte Oberfläche (Abb. 4.8 a) sehr glatt. Nach Aufheizen auf 950 K (Abb. 4.8 b) ist sie teilweise mit Blistern unterschiedlicher Größe bedeckt. Auch Zwillingsnetzwerklinien [Bacon 1980] treten beim Aufheizen auf.

Bei der Implantation von Wasserstoff wurde bei einer größeren Schädigungsstufe thermisches Ausheilen von Strahlenschäden beobachtet [Siegele 1991]. Um das Verhalten von Helium mit dem von Deuterium in HOPG zu vergleichen, wurde das thermische Ausheilen von deuteriumimplantierten Proben im Temperaturbereich von 300 bis 1000 K untersucht. Abb. 4.9 zeigt die Entwicklung der Schädigung, die durch die Implantation von  $2.7 \cdot 10^{15} \text{ D/cm}^2$  erzeugt wurde, in Abhängigkeit von der Aufheiztemperatur. Schon ab 680 K wird eine deutliche allgemeine Abnahme der Schädigung beobachtet. Dieses Verhalten setzt sich bis zur höchsten verwendeten Temperatur von 1060 K fort. Abb. 4.10 zeigt die Änderung der relativen Schadenintegrale mit der Temperatur für die Implantation von Deuterium und Helium mit verschiedenen Fluenzen. Für alle Deuteriumfluenzen ( $\langle \Phi_E^{\text{RBS-c}} \rangle$ ) wird Ausheilen beobachtet, während das Schadenintegral für Helium, obwohl es sich um eine relativ kleine Schädigung handelt ( $\langle \Phi_A^{\text{RBS-c}} \rangle$ ), deutlich zunimmt.



a)



b)

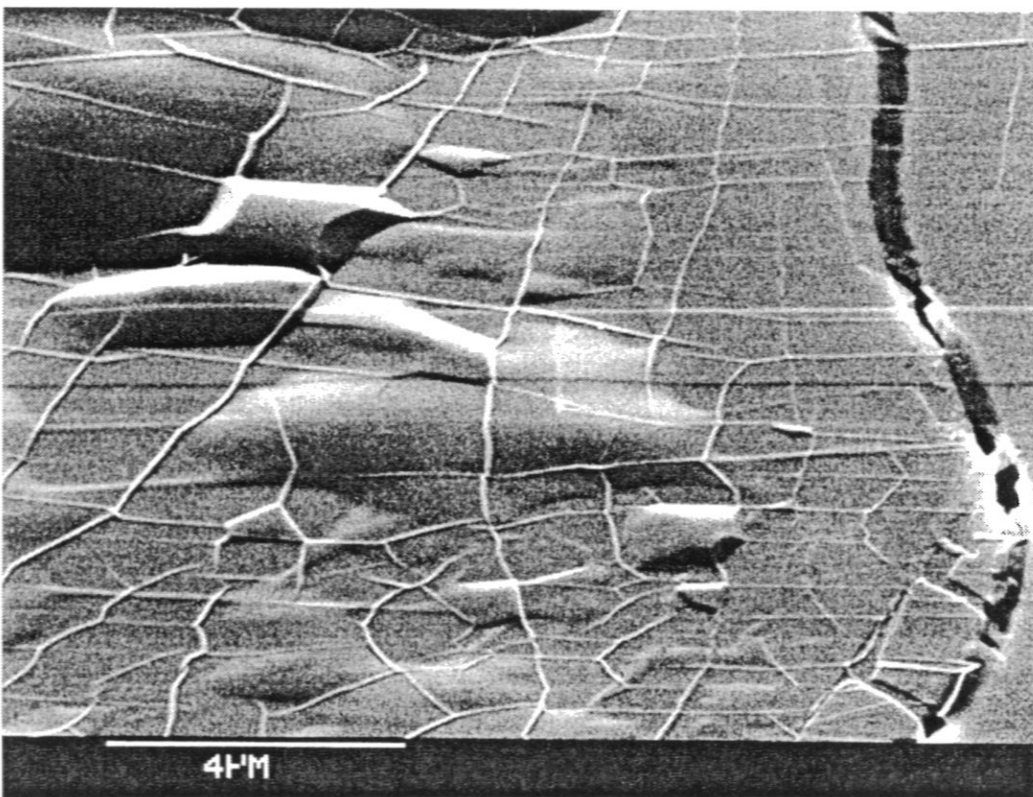
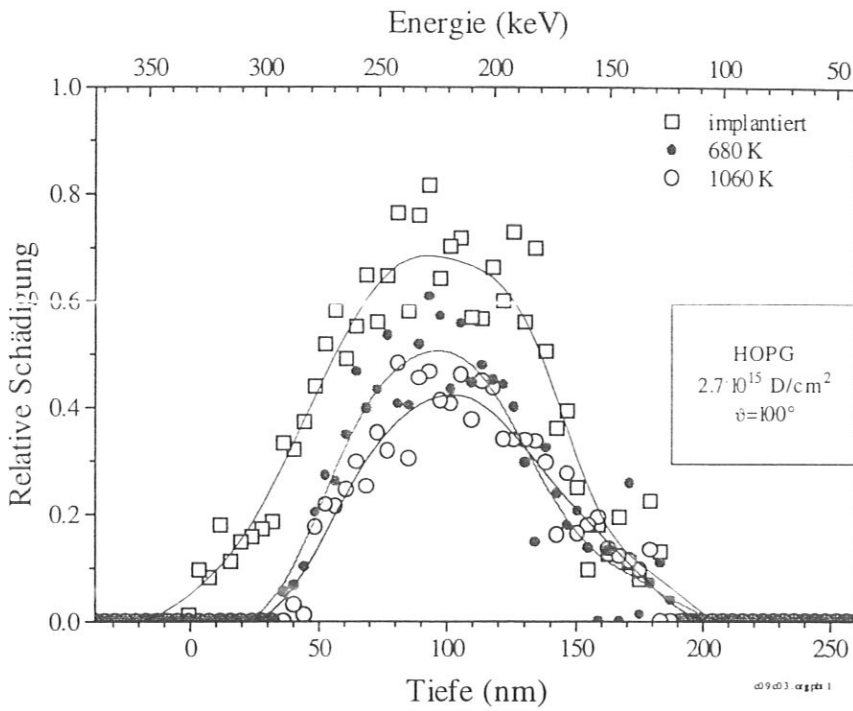
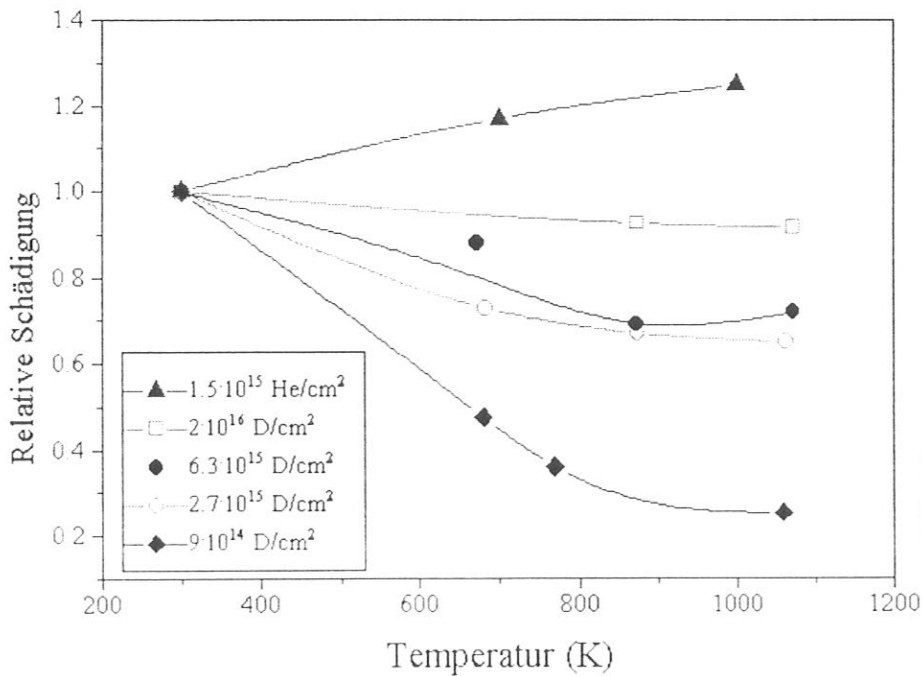


Abb. 4.8 Änderung der Oberfläche von HOPG implantiert mit  $2 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> bei 300 K  
 a) vor dem Aufheizen  
 b) nach Aufheizen auf 950 K. Das Auftreten von Blister unterschiedlicher Größen wird beobachtet.

## 4.1 GRAPHIT



**Abb. 4.9** Entwicklung der Schädigung durch die Implantation von  $2.7 \cdot 10^{15} \text{ D/cm}^2$  mit 8 keV in HOPG in Abhängigkeit der Temperatur.



**Abb. 4.10** Entwicklung der relativen Schadenintegrale für die Schädigung durch die Implantation von Helium und Deuterium in HOPG in Abhängigkeit von der Temperatur.

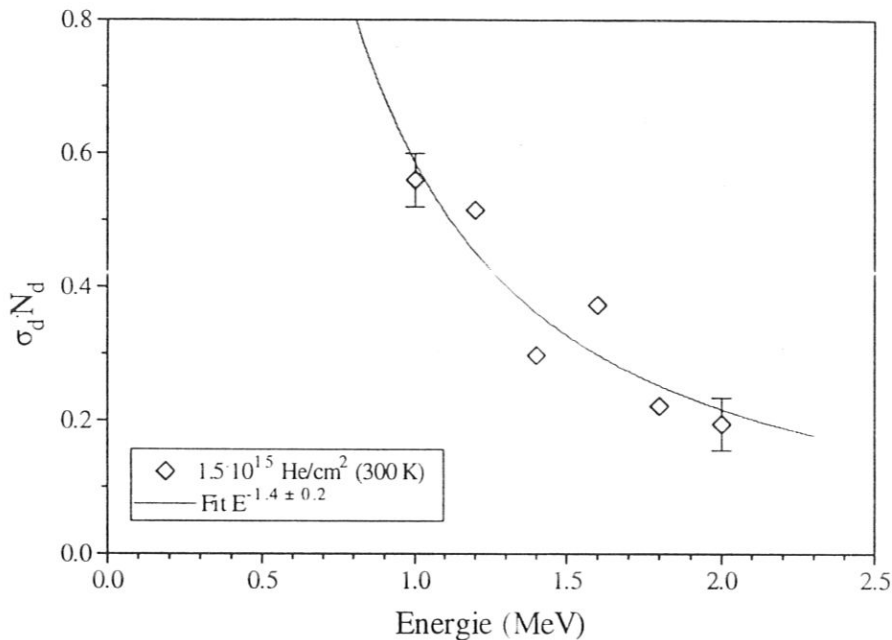


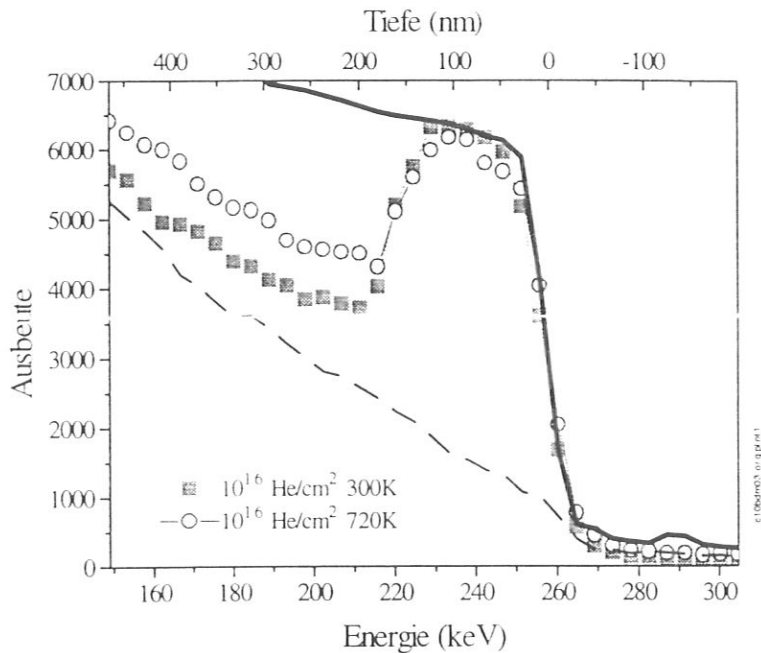
Abb. 4.11 Energieabhängigkeit von  $\sigma_d \cdot N_d$  für Heliumschäden in HOPG.

### 4.1.3. Defektstruktur

Das unterschiedliche Ausheilverhalten von Strahlenschäden, die durch Helium bzw. Deuterium erzeugt werden, kann verschiedene Ursachen haben. Die Struktur der Defekte kann verschieden sein. Da ausgedehnte Defekte schwerer als kleine ausheilen, könnten bei der Heliumimplantation größere Defekte entstehen als bei Wasserstoffimplantation. Um dies zu klären, ist die Charakterisierung der Strahlenschäden erforderlich. Dazu wurde die Dechannelinganalyse (Kap 3.1.3) an einer mit  $2 \cdot 10^{15} \text{ He/cm}^2$  ( $\sim \Phi_A^{\text{RBS-c}}$ ) bei 20 keV implantierten Probe verwendet. Abb. 4.11 zeigt die Energieabhängigkeit des Produktes  $\sigma_d \cdot N_d$  (siehe Kap. 3.1.3) im Energiebereich 1-2 MeV für die Analyse mit  $^4\text{He}$ -Ionen. Die gezeigten Fehlerbalken beinhalten den Einfluß des Analysestrahls auf die Messung (siehe Kap. 3.2). Ein Fit der Analyseenergieabhängigkeit  $a \cdot E^y$  an die experimentellen Daten ergibt  $y = -(1.4 \pm 0.2)$ . Negative Exponentenwerte sind charakteristisch für Punktdefekte oder amorphe Schichten. Der absolute Wert des gefitteten Exponenten ist allerdings größer als die theoretisch berechneten Werte von -0.5 bis -1 für Punktdefekte. Dies läßt auf eine Zusammensetzung von vorwiegend kleineren Defekten schließen.

Die relativ großen Fehler, die mit der Messung verbunden sind, machen es in diesem Fall unmöglich, zwischen Defekten zu unterscheiden, die bei 300 K und 720 K erzeugt wurden. Daß die Zusammensetzung der bei 300 K und 720 K erzeugten Defekte verschieden ist, läßt sich in Abb. 4.12 erkennen. Sie zeigt die RBS-c Spektren der gleichen Probe nach Implantation mit der Fluenz  $10^{16} \text{ He/cm}^2$  bei beiden Temperaturen. Obwohl die direkte Rückstreuung an den Defekten bei 720 K niedriger ist als bei 300 K, ist der Dechanneling-Hintergrund größer.

## 4.1 GRAPHIT



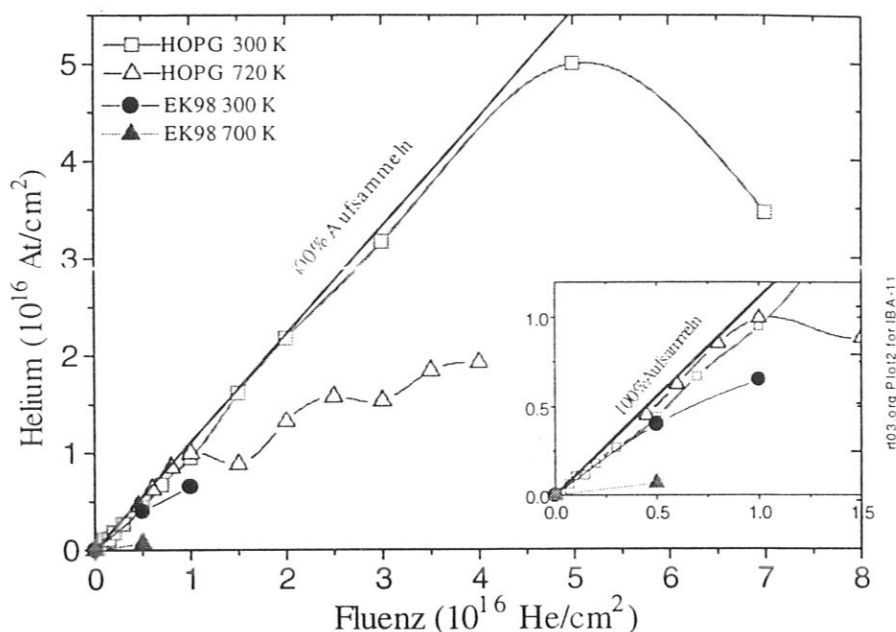
**Abb. 4.12** RBS-c Spektren für die Implantation von  $10^{16} \text{ He/cm}^2$  in HOPG bei 300 K und 720 K. Bei gleichem Schädigungspeak unterscheidet sich der Dechanneling-Hintergrund.

Daraus folgt, daß die Konzentration ausgedehnter Defekte für die Implantation bei 720 K größer ist als für die Implantation bei 300 K.

### 4.1.4. Heliumeingang

Das Verhalten der Helium-Strahlenschäden bei thermischem Ausheilen läßt sich mit der Defektstruktur nicht erklären, weil dabei nur kleine Konzentrationen von ausgedehnten Defekten gefunden werden. Eine weitere Ursache für das unterschiedliche Verhalten von He- und D-Implantation könnte der Zustand des implantierten Gases sein. Um die unerwartet hohe Bildungsrate von Strahlenschäden bei der Implantation von Helium bei hoher Temperatur aufzuklären, ist die Untersuchung des Heliumeingangs bei hohen Temperaturen erforderlich. Dafür wurde gleichzeitig der Heliumeingang und die Bildung von Strahlenschäden in HOPG bei 300 K und 720 K untersucht. Abb. 4.13 zeigt die Aufsammlercurven für  $20 \text{ keV } ^3\text{He}$ , das parallel zur c-Achse von HOPG bei 300 K und 720 K implantiert wurde. Die eingefangene Heliummenge wurde mit der Kernreaktion  $^3\text{He}(D,p)^4\text{He}$  bestimmt.

Bei beiden Temperaturen sammelt HOPG zunächst die gesamte implantierte Heliummenge auf. Reemission beginnt beim ersten Abblättern, das bei der gleichzeitigen Strahlenschädenmessung eine Abnahme der Schädigung verursacht. Bei der Implantation parallel zu den Graphitebenen wird von Anfang an Emission beobachtet [Möller 1982]. Das Abblättern, bei welchem in der Regel ein großer Teil der implantierten Oberfläche wegplatzt und entsprechend neue Oberfläche freigelegt wird (siehe Abb. 4.4), bewirkt einen Knick in der Aufsammlercurve. Bei 300 K tritt nach dem Abblättern Desorption durch den Analysestrahl ein. Eine ähnliche Desorption wurde für 720 K nicht festgestellt. Nach dem Abblättern bei 300 K und 720 K sammelt sich Helium weiter auf, aber mit einer geringeren Aufsammlerwahrscheinlichkeit.



**Abb. 4.13** Aufsammeln von 20 keV  $^3\text{He}$  in HOPG und EK98 bei 300 K und 720 K in Abhängigkeit der Fluenz. Die Analyse wurde mit der Kernreaktion  $^3\text{He}(\text{D},\alpha)\text{p}$  durchgeführt.

Ein anfänglich reduziertes Aufsammeln wie bei kantenorientiertem HPG oder PG wird nicht beobachtet [Möller 1982].

Bei 300 K wurde das erste Abblättern in mehreren Proben bei  $5\text{-}7\cdot 10^{16}$   $\text{He}/\text{cm}^2$  beobachtet. Die Oberflächenbeschaffenheit hat einen Einfluß auf die Abblätterfluenz: Je glatter die Ausgangsoberfläche ist, desto früher tritt das erste Abblättern auf. Bei 720 K wurde das erste Abblättern bei etwa  $10^{16}$   $\text{He}/\text{cm}^2$  beobachtet. Bei dieser Temperatur wurde mehrfaches Abblättern mit Intervallen von  $1\text{-}1.5\cdot 10^{16}$   $\text{He}/\text{cm}^2$  beobachtet. Die optische Beobachtung des Beschußflecks zeigt Exfoliation von mehreren Lagen. Bis zur höchsten verwendeten Fluenz sammelt HOPG bei 300 K deutlich mehr Helium auf als bei 720 K. Das Aufsammelverhalten von Helium hängt offenbar von der Orientierung der Proben ab. Durch die Implantation senkrecht zu den Ebenen wird die Reemission bei kleinen Fluenzen vollständig unterdrückt. Zum Vergleich sind in Abb. 4.13 Messungen an feinkörnigem EK98 gezeigt.

### Aufsammeln in EK98

Um einen Vergleich des Aufsammelvermögens zwischen quasi-einkristallinem Graphit und feinkörnigem, isotropem Graphit zu machen, wurde  $5\cdot 10^{15}$   $\text{He}/\text{cm}^2$  und  $10^{16}$   $\text{He}/\text{cm}^2$  bei 300 K und  $5\cdot 10^{15}$   $\text{He}/\text{cm}^2$  bei 700 K in EK98 implantiert. Die aufgesammelten Heliummengen sind ebenfalls in Abb. 4.13 dargestellt. Bei 300 K wird eine Aufsammelwahrscheinlichkeit von 0.8 bzw. 0.6 beobachtet. Dies deutet auf anfängliche Reemission aus kantenorientierten Körnern hin. Bei 720 K beträgt die Aufsammelwahrscheinlichkeit lediglich 0.14. Dies deutet darauf hin, daß das Aufsammeln nur an den wenigen flächenorientierten Körnern stattfindet.

## 4.1 GRAPHIT

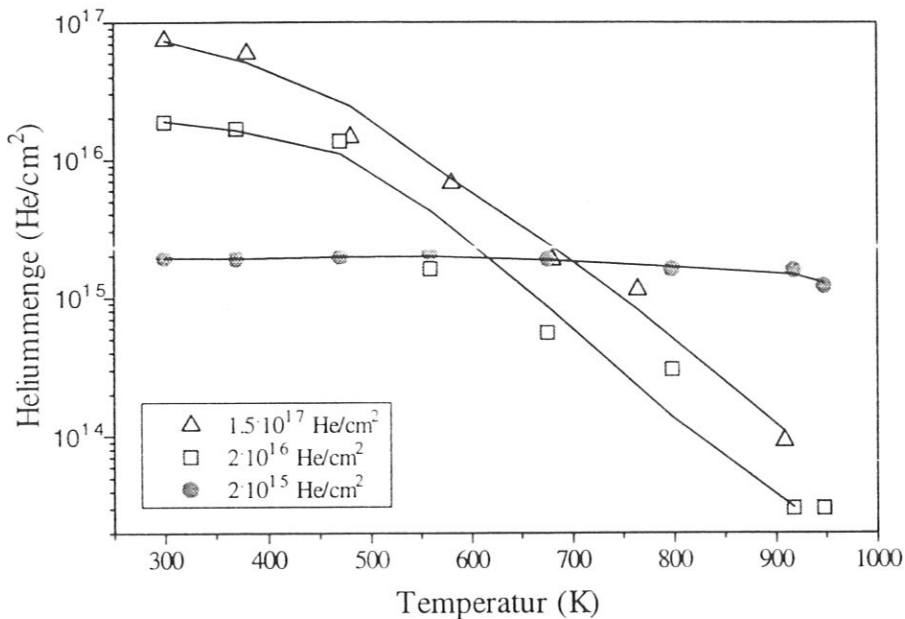


Abb. 4.14 Thermische Desorption von Helium implantiert bei 300 K aus HOPG.

### 4.1.5. Thermische Desorption

Die thermische Desorption aus HOPG wurde mit der Kernreaktion  ${}^3\text{He}(\text{D},\alpha)\text{p}$  untersucht. Die implantierten Fluenzen wurden so ausgesucht, daß sie möglichst repräsentativ für eine bestimmte Schädigungsstufe sind, z. B.  $\Phi_{\text{A}}^{\text{RBS-c}}$  oder  $\Phi_{\text{E}}^{\text{RBS-c}}$ . Der Einfluß des aufgesammelten Heliums auf die Defekte in Hinblick auf das thermische Verhalten sollte auf diese Weise geklärt werden. Die Implantation wurde bei 300 K und 720 K durchgeführt, und dementsprechend werden die Ergebnisse hier getrennt gezeigt.

#### 4.1.5.1 Implantation bei 300 K

Abb. 4.14 zeigt die zurückgehaltene Heliummenge in Abhängigkeit von der Temperatur für die Fluenzen  $1.5 \cdot 10^{17}$  ( $\gg \Phi_{\text{E}}^{\text{RBS-c}}$ ),  $2 \cdot 10^{16}$  ( $\sim \Phi_{\text{E}}^{\text{RBS-c}}$ ) und  $2 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> ( $\sim \Phi_{\text{A}}^{\text{RBS-c}}$ ). Diese Fluenzen sind repräsentativ für bestimmte Schädigungsstufen. Die zurückgehaltene Heliummenge wurde nach jedem Ausheilzyklus (5 Minuten bei der jeweiligen Desorptionstemperatur) bei Zimmertemperatur (<340 K) bestimmt.

Aus der Abb. 4.14 ist zu entnehmen, daß für Fluenzen von  $1.5 \cdot 10^{17}$  und  $2 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> die Desorption bereits bei 500 K anfängt. Bei 700 K bleibt für diese Fluenzen nur ein Bruchteil von etwa 1% der ursprünglich implantierten Fluenz im Material zurück. Dieses Verhalten für hohe Heliumfluenzen ist in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen an verschiedenen Graphitemodifikationen von Atsumi [Atsumi 1985, Atsumi 1986] und an HPG von Möller et al. [Möller 1982]. Anders ist das Verhalten für die kleinen Fluenzen von  $2 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> und  $10^{16}$  He/cm<sup>2</sup>. Letztere ist in Abb. 4.14 nicht gezeigt. Bis zu 920 K ist kaum Desorption zu beobachten. Erst bei 950 K setzt eine sehr geringe Desorption ein. Dieses Verhalten

unterscheidet sich deutlich von dem in kantenorientiertem HPG [Möller 1982]. Aus der Temperatur, bei der die Desorptionsrate ihren maximalen Wert erreicht, wird die Aktivierungsenergie für die Desorption bestimmt. Für die Implantationsfluenz von  $2 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> ist die Aktivierungsenergie in HOPG  $E_a \geq 2.7$  eV. Für Fluenzen von  $1.5 \cdot 10^{17}$  und  $2 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup>, die größer sind als  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$ , ist  $E_a = 1.1$  eV. Dieser Wert stimmt gut mit dem von Möller et al. für die Desorption aus kantenorientiertem HPG bestimmten überein [Möller 1982].

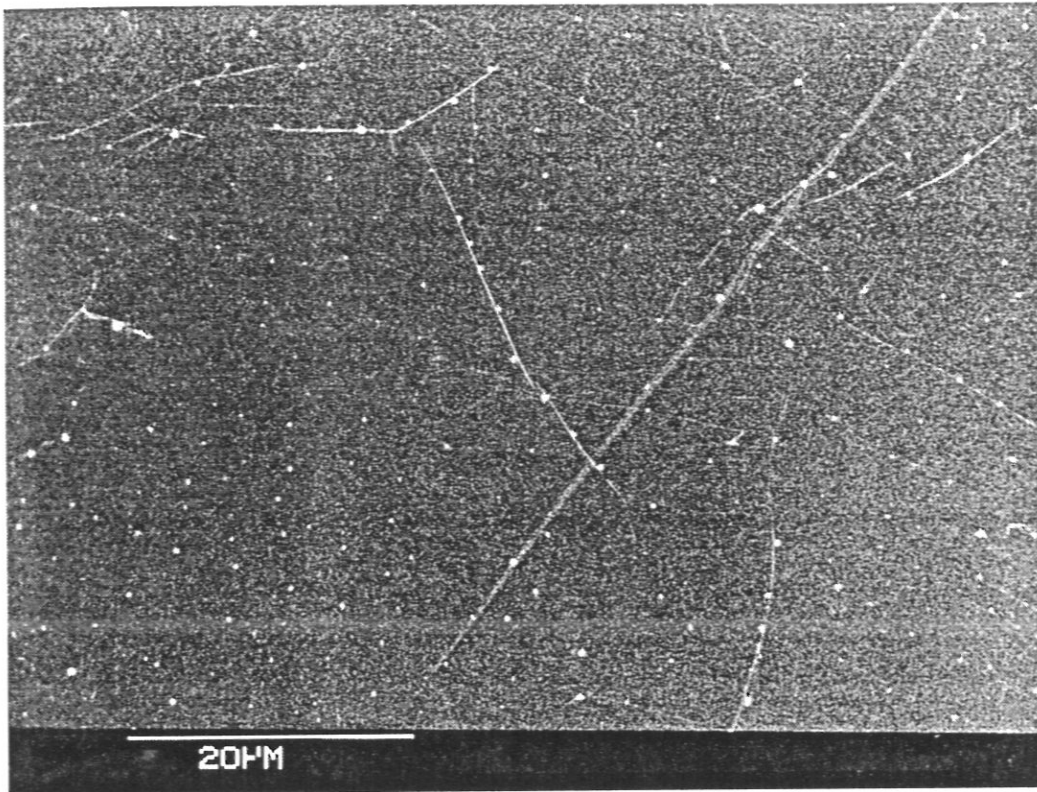
Der Zusammenhang zwischen Desorption und Oberflächenveränderung wurde durch Rasterelektronenmikroskopie (REM) der implantierten Oberflächen vor und nach der Desorption bei 920 K untersucht. Abbildungen der Proben, die mit der kleinsten Fluenz von  $2 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> implantiert wurden, sind in Abb. 4.8 a) und b) gezeigt. Vor dem Aufheizen ist die Oberfläche sehr glatt. Nach dem Aufheizen ist die Oberfläche wie oben beschrieben mit einigen Blistern bedeckt und von Zwillingsnetzwerklinien [Bacon 1980] überzogen. Es konnten keine geöffneten Blister gefunden werden. Aus den Desorptionsmessungen geht hervor, daß praktisch kein implantiertes Helium emittiert wurde.

Anders sehen die SEM-Abbildungen für Proben aus, die mit  $2 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> implantiert wurden (Abb. 4.15 a) und b)): Die Oberfläche vor dem Aufheizen sieht auch glatt aus, aber einige wenige Zwillingsnetzwerklinien sind zu beobachten. Nach dem Aufheizen ist die Oberfläche mit sehr vielen Blistern bedeckt, die deutlich größer als an der Probe mit der niedrigsten Fluenz sind. Viele davon sind aufgeplatzt. Außerdem ist die Oberflächenschicht, die etwa der Blisterdeckeldicke entspricht, durch laterale Kontraktion gerissen. Dabei hat sich ein Netzwerk von Gräben gebildet. Diese könnten durch Spannungen verursacht sein, die durch das Schwellen des Materials hervorgerufen werden. Die Deckeldicke der Blister, die etwa 200 nm beträgt, wurde an den Rändern der Öffnungen der Blister mit REM bestimmt. Sie stimmt mit der durch TRIM.SP berechneten Reichweite der Ionen gut überein.

Ein Vergleich der REM-Bilder von Proben, die mit  $2 \cdot 10^{15}$  und  $2 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> implantiert waren, läßt folgende Schlüsse auf den Ablauf der Desorption zu: Bei der Implantation von kleinen Fluenzen sammelt sich das Gas im Material, ohne zu desorbieren. Beim Aufheizen bilden sich Blister. Da Helium nur entlang der Graphitebenen diffundiert [Jung 1992], wandert es parallel zur Oberfläche in die Blister, in denen es sich sammelt. Das in den Blistern gesammelte Helium desorbiert nur, wenn es durch den Deckel des Blisters diffundieren kann. Dies ist offensichtlich erst bei hohen Temperaturen möglich.

Bei der Implantation von großen Fluenzen ändert sich der oben beschriebene Desorptionsverlauf durch die Bildung einer größeren Zahl von Defekten und Zwillingsnetzwerklinien und durch das stärkere ioneninduzierte Schwellen. Durch das Aufheizen entstehen Blister und ein Netzwerk von Rissen. Es sieht so aus, als ob die Risse im wesentlichen entlang einem vorher vorhandenen Netz auftreten.

a)



b)

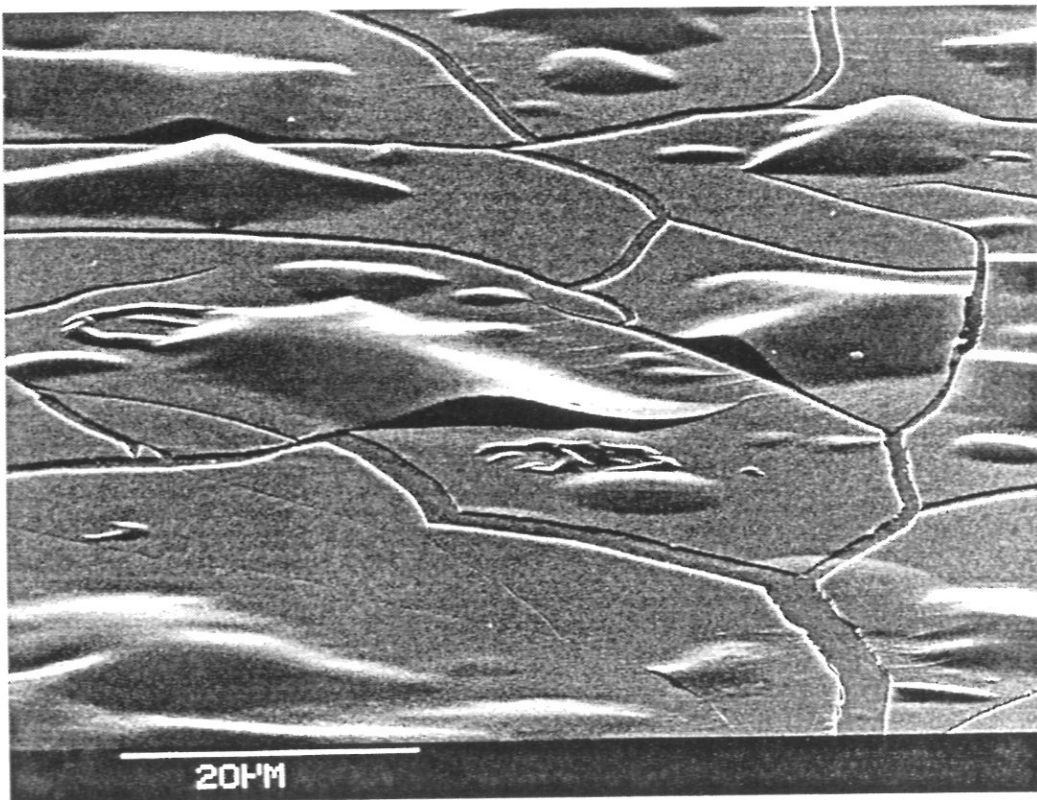


Abb. 4.15 Die Oberfläche von HOPG implantiert mit  $2 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> (20 keV <sup>3</sup>He) bei 300 K  
a) vor und b) nach dem Aufheizen auf 950 K.



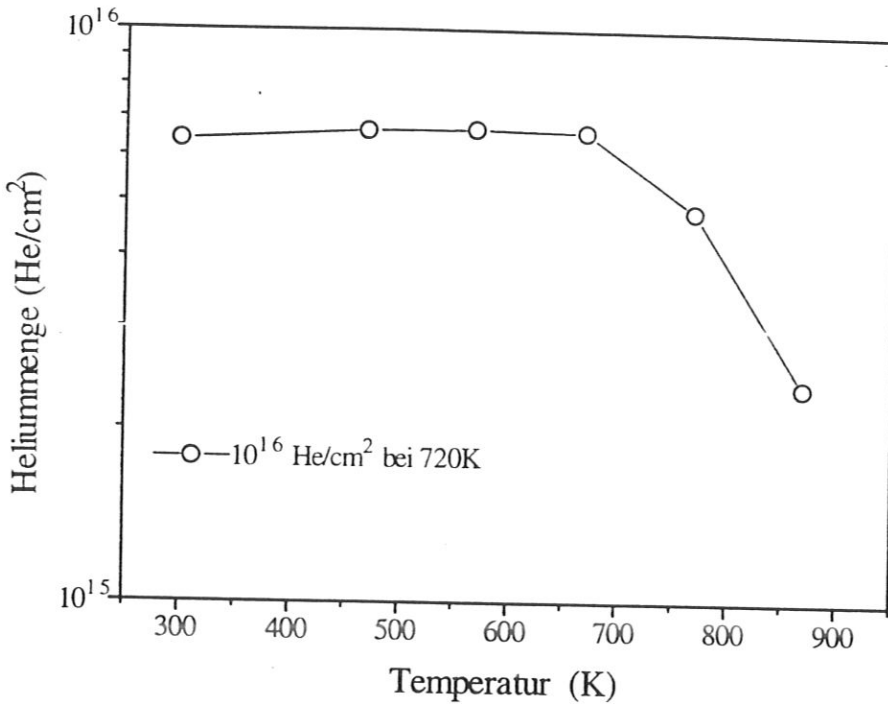


Abb. 4.16 Thermische Desorption von Helium implantiert bei 720 K aus HOPG.

Die Blister sind bei diesen Fluenzen größer und viele reichen seitlich bis zu den Rissen. Die Bildung der Blister und des Rissnetzwerkes erfolgt wahrscheinlich zwischen 400 K und 500 K. Helium, welches an die Risse gelangt, kann sofort desorbieren. Daher ergibt sich für diesen Fall eine niedrigere Desorptionstemperatur.

#### 4.1.5.2 Implantation bei 720 K

Abb. 4.16 zeigt die zurückgehaltene Heliummenge in Abhängigkeit von der Temperatur für die Implantation von  $10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> ( $\sim \Phi_E^{\text{RBS-c}}$ ) bei 720 K. Vermutlich durch Abblättern zumindest eines Teils des implantierten Flecks ist die zurückgehaltene Heliummenge kleiner als die implantierte Menge. Die Desorption setzt bei der Implantationstemperatur ein, und bei 870 K bleibt etwa 30 % der implantierten Fluenz zurück. Aus dem Spektrum wird eine Aktivierungsenergie für die Desorption von  $E_a \approx 2.2$  eV bestimmt. Eine optische Untersuchung der Oberfläche nach der Desorption (hier nicht gezeigt) zeigte die Bildung von sehr kleinen Blistern ohne Öffnungen. Dies läßt vermuten, daß die Desorption hauptsächlich durch Diffusion durch die implantierte Schicht erfolgt.

#### 4.1.5.3 Implantation in EK98

Um einen Vergleich zwischen der Desorption von einkristallinem und feinkörnigem Graphit zu machen, wurden die für die Bestimmung des Aufsammlens in EK98 verwendeten Proben aufgeheizt. Abb. 4.17 zeigt die zurückgehaltene Heliummenge in Abhängigkeit von der Temperatur.

## 4.1 GRAPHIT

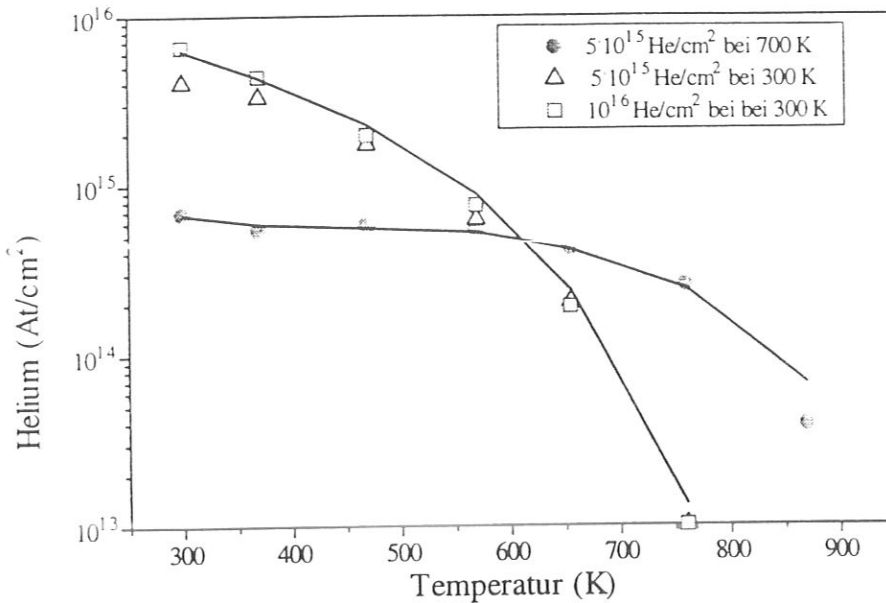


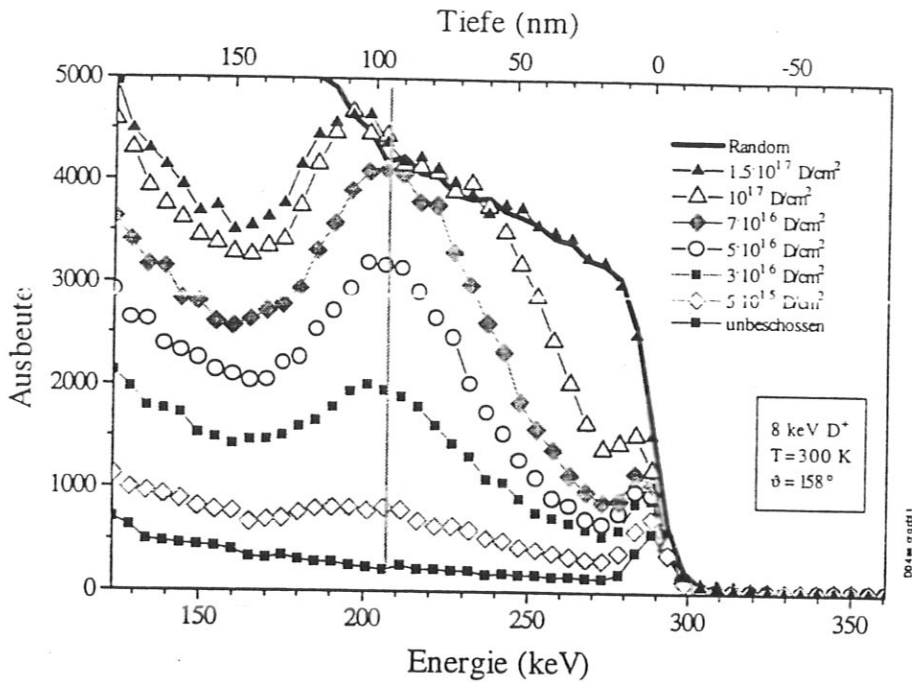
Abb. 4.17 Thermische Desorption von Helium implantiert bei 300 K und 720 K aus EK98.

Bei 300 K haben beide Fluenzen denselben Desorptionsverlauf: Zwischen 400 K und 500 K setzt die Desorption ein und bei 750 K bleibt nur ein kleiner Bruchteil von < 0.1 % Helium zurück. Dieses auch für die kleinste Fluenz von  $5 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> gefundene Desorptionsverhalten ist verständlich, wenn bedacht wird, daß EK98 ein feinkörniges Material ist und viele Zwischenräume und Poren enthält, die die Desorption erleichtern können. Für beide Fluenzen wird eine Aktivierungsenergie der Desorption von  $E_a = 1.1$  eV bestimmt.

Für Helium, das bei 720 K implantiert wurde, ist der Verlauf anders: Erst zwischen 700 K und 800 K setzt die Desorption ein und bei 870 K bleibt etwa 5 % des ursprünglich zurückgehaltenen Heliums zurück. Dieser Verlauf erinnert an das Desorptionsverhalten von Helium in HOPG bei 720 K. Die Aktivierungsenergie wurde zu  $E_a = 2.2$  eV bestimmt. Dieser hohe Wert könnte dadurch erklärt werden, daß das Helium nur in den flächenorientierten Körnern gesammelt wird.

## 4.2. Diamant

Die Messungen an Diamant sollen dazu dienen, die Wechselwirkung von Wasserstoff und Helium mit Graphit besser zu verstehen. Gerade weil die Gitterstruktur von Diamant kubisch ist und die Gitterführungseigenschaften von Diamant deutlich besser sind als die von Graphit, kann durch den Vergleich von HOPG und Diamant der Einfluß der Gitterstruktur auf die Strahlenschädenerzeugung, die Defektstruktur und die thermische Stabilität der Strahlenschäden untersucht werden.



**Abb. 4.18** RBS-c Spektren für die Implantation von 8 keV D-Ionen in Diamant in Randomrichtung. Die Analyse erfolgte mit 790 keV  $^3\text{He}$ -Ionen und  $\vartheta=158^\circ$ .

### 4.2.1. Strahlenschädenerzeugung

Zur Bestimmung der Strahlenschädenerzeugung pro Ion  $A_d^{\text{RBS-c}}$  und der Fluenzen  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  und  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  in Diamant wurden Proben in Random- und Gitterführungsrichtung mit 8 keV D-Ionen bei 300 K in mehreren Schritten implantiert. Abb. 4.18 zeigt die RBS-c Spektren für Implantation in Randomrichtung ( $11^\circ$  neben der  $\langle 100 \rangle$  Richtung) für verschiedene Implantationsfluenzen. Das Spektrum für die unbeschossene Probe zeigt einen deutlichen Oberflächenpeak bei 280 keV und eine Minimalausbeute  $\chi_{\min}(0)$  von 0.05. Der Schadenpeak baut sich bei einer Tiefe von 100 nm und wächst ähnlich wie bei der Implantation in HOPG bei 300 K. Randomintensität wird bei  $\Phi_A^{\text{RBS-c}} = 7 \cdot 10^{16} \text{ D/cm}^2$  und  $\Phi_E^{\text{RBS-c}} = 1.5 \cdot 10^{17} \text{ D/cm}^2$  erreicht.

Abb. 4.19 zeigt die Ergebnisse für Implantation in Gitterführungsrichtung  $\langle 100 \rangle$ . Für kleine Fluenzen unterscheiden sich die Spektren deutlich von denen für die Implantation in Randomrichtung. Bei  $5 \cdot 10^{15} \text{ D/cm}^2$  wird in wesentlichen eine Erhöhung des Dechanneling-Hintergrundes beobachtet, die auf Verzerrung des Gitters hindeutet. Für  $10^{16} \text{ D/cm}^2$  wird ein Schadenpeak mit einem Maximum bei einer Rückstreuenergie von 160 keV erkennbar. Bei den nächsten Implantationsschritten wächst die Schädigung und das Maximum verschiebt sich allmählich zu höheren Energien, bis es endlich bei  $3.4 \cdot 10^{16} \text{ D/cm}^2$  die Lage des Maximums für die Implantation in Randomrichtung erreicht hat. Aus dieser Meßreihe werden  $\Phi_A^{\text{RBS-c}} = 4.5 \cdot 10^{16} \text{ D/cm}^2$  und  $\Phi_E^{\text{RBS-c}} = 1.2 \cdot 10^{17} \text{ D/cm}^2$  bestimmt.

## 4.2 DIAMANT

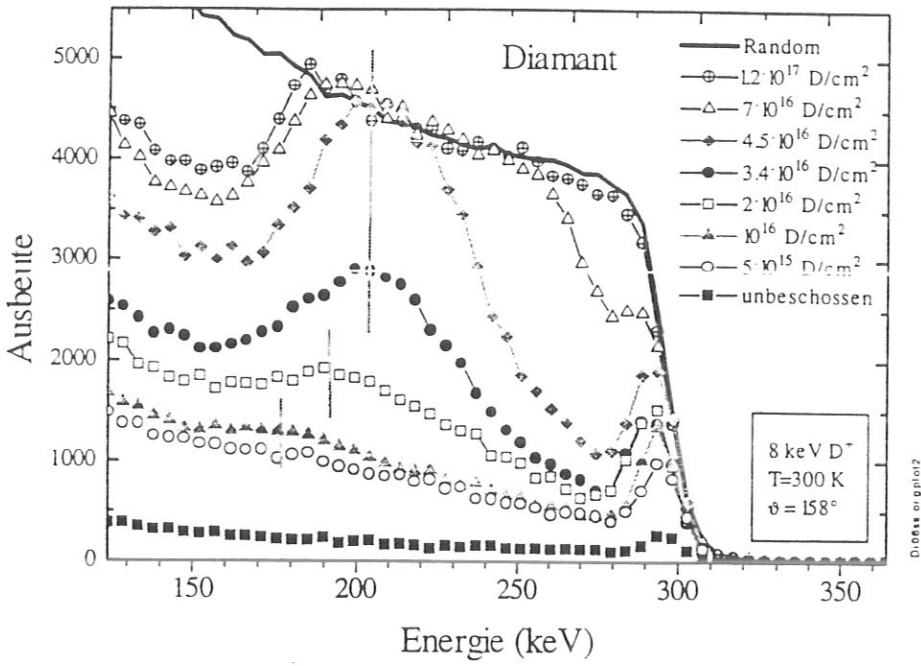


Abb. 4.19 RBS-c Spektren für die Implantation von 8 keV D-Ionen in Diamant in Gitterführungsrichtung  $\langle 100 \rangle$ . Die Analyse erfolgte mit 790 keV  $^3\text{He}$ -Ionen und einem Winkel von  $\vartheta = 158^\circ$ .

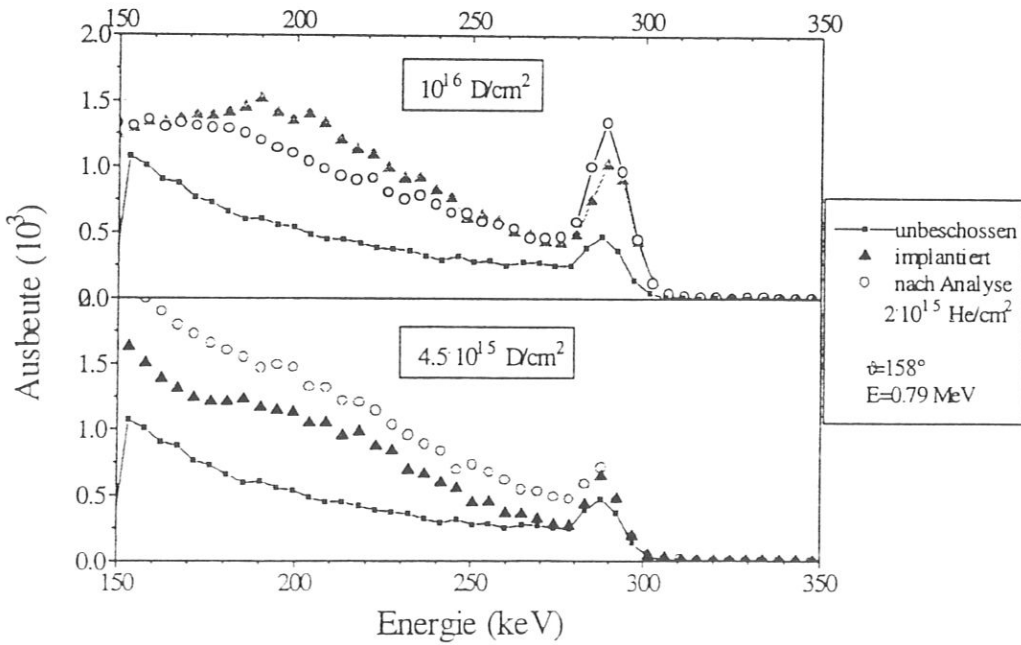


Abb. 4.20 Einfluß des Analysestrahls auf die RBS-c Spektren für die Implantation von Deuterium in Diamant bei 300 K.

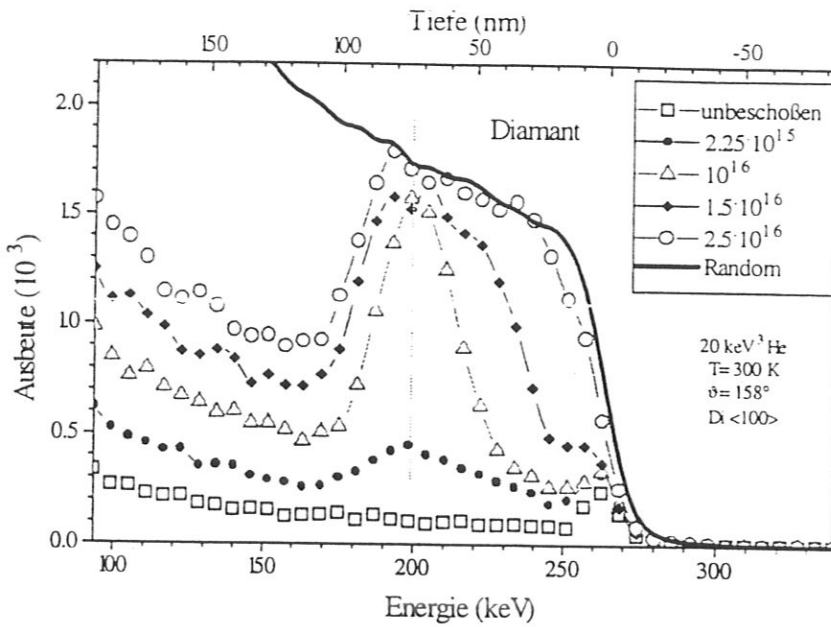


Abb. 4.21 RBS-c Spektren für die Implantation von 20 keV  $^3\text{He}$  in Diamant in Randomrichtung. Die Analyse erfolgte mit 1 MeV  $^4\text{He}$ -Ionen und  $\vartheta=158^\circ$ .

Bei den gemessenen Spektren muß der Einfluß des Analysestrahls berücksichtigt werden. Dieser Einfluß ist für die Implantation in Gitterführungsrichtung stärker als in Randomrichtung. Für kleine Fluenzen bewirkt der Analysestrahl eine allgemeine Erhöhung des Dechanneling-Hintergrundes, die den Schadenpeak verschwinden lassen kann. Dies ist der Fall bei der Implantation von  $4.5 \cdot 10^{15}$  D/cm $^2$  in Gitterführungsrichtung (Abb. 4.20 unten). Andererseits bewirkt er für die Implantation höherer Fluenzen ( $>10^{16}$  D/cm $^2$ ) die Abnahme der Schädigung, wie in Abb. 4.20 oben gezeigt wird. Wegen dieses Einflusses kann die Schädigung für kleine Fluenzen besonders bei Implantation in Gitterführungsrichtung nicht zuverlässig bestimmt werden.

Abb. 4.21 zeigt die Spektren für die Implantation von Diamant mit 20 keV  $^3\text{He}$  in Randomrichtung. Die Analyse erfolgte mit 1 MeV  $^4\text{He}$ -Ionen und  $\vartheta=158^\circ$ . Das Schadenprofil ist schmäler als für die Implantation von Deuterium. Hieraus werden  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}=1.5 \cdot 10^{16}$  He/cm $^2$  und  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}=3 \cdot 10^{16}$  He/cm $^2$  bestimmt.

Für die Bestimmung von  $A_d^{\text{RBS-c}}$  und um den Verlauf der Schädigung in Abhängigkeit von der Fluenz anschaulich zu machen, wurden aus den Spektren der Abb. 4.18 bis 4.21 die Integrale der Schädigung unter Annahme der in Kapitel 3.1.2 diskutierten Voraussetzungen berechnet. Sie werden in Abb. 4.22 in Abhängigkeit von der Fluenz von Deuterium und Helium gezeigt. Hieraus wird  $A_d^{\text{RBS-c}} = 51 \pm 5$  für Deuterium und  $A_d^{\text{RBS-c}} = 113 \pm 10$  für Helium bestimmt. Für die Implantation von Deuterium in Gitterführungsrichtung ergibt sich eine Schwellenfluenz von etwa  $1.5 \cdot 10^{16}$  He/cm $^2$ .

## 4.2 DIAMANT

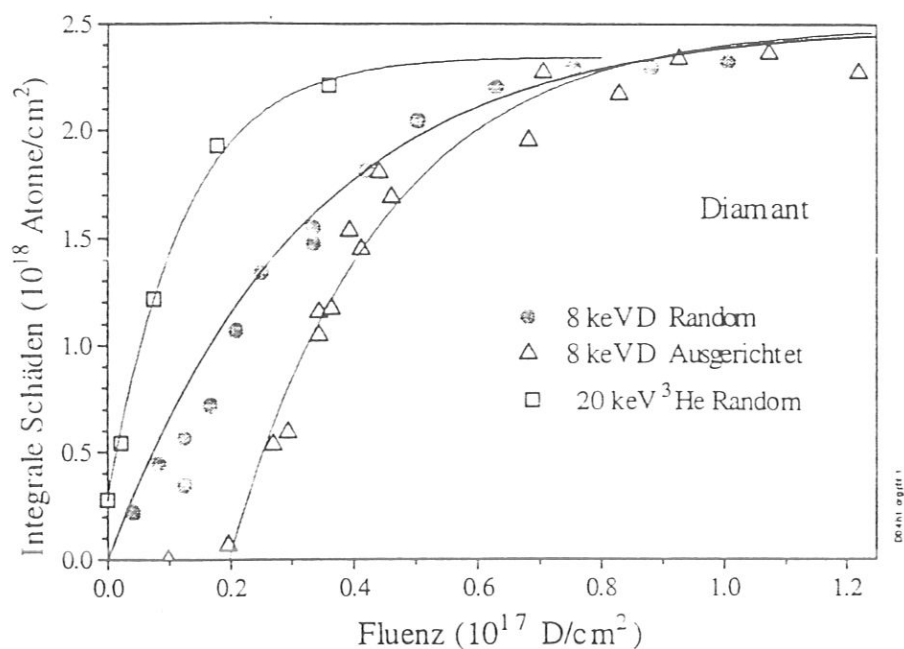


Abb. 4.22 Integrale Schäden in Abhängigkeit der Fluenz für die Implantation von Helium und Deuterium in Diamant.

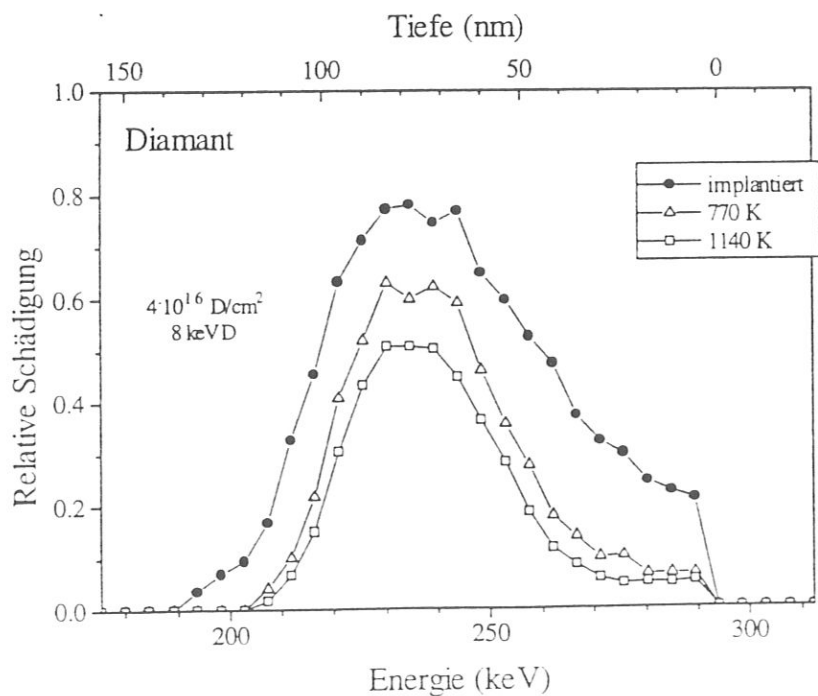
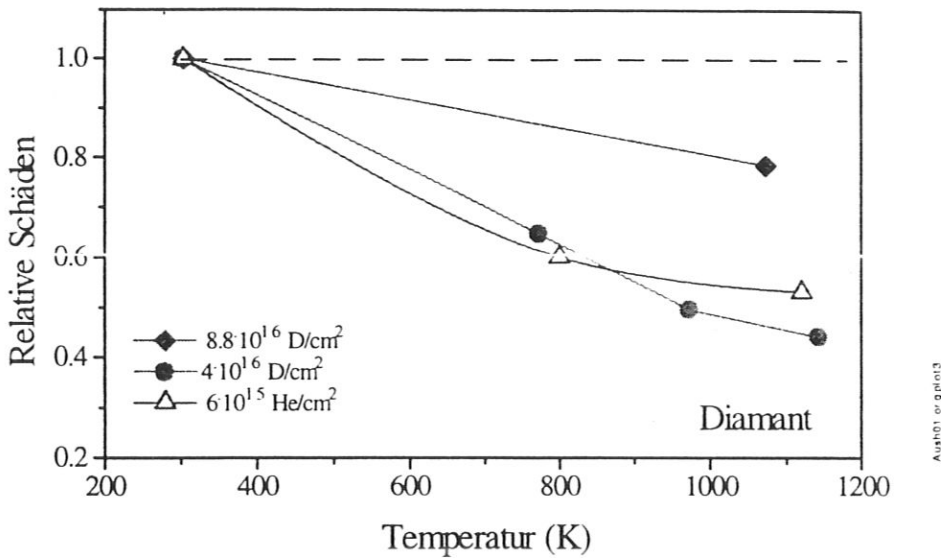


Abb. 4.23 Entwicklung der Schädigung einer Diamantprobe implantiert mit  $4 \cdot 10^{16}$  D/cm<sup>2</sup> in Randomrichtung vor und nach Aufheizen auf 770 K und 1140 K.



**Abb. 4.24** Änderung der relativen integralen Schäden in Abhängigkeit der Temperatur für Deuterium- und Heliumfluenzen in Diamant.

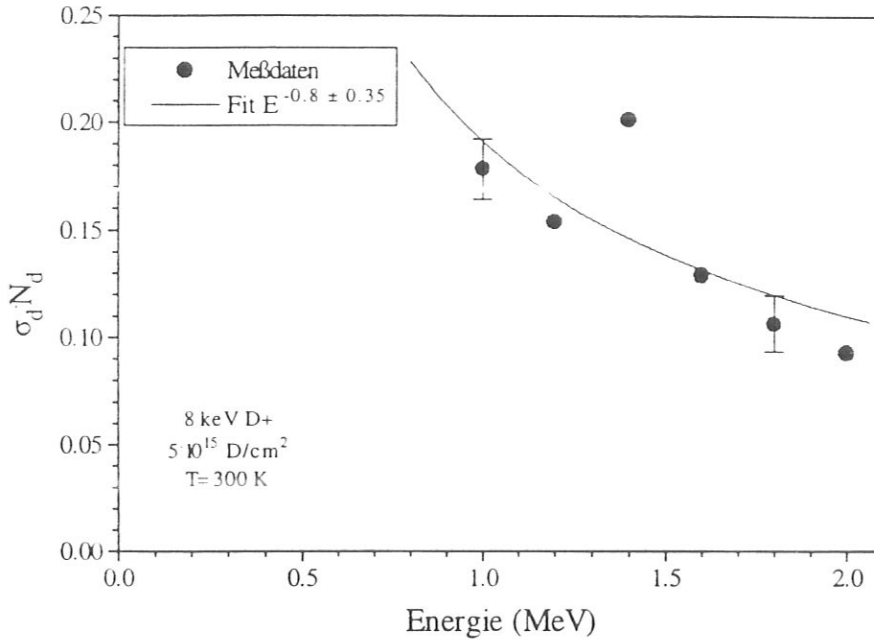
## 4.2.2. Thermische Behandlung der implantierten Proben

Um die thermische Stabilität der Strahlenschäden zu bestimmen wurde die Änderung des Schadenprofils für ausgewählte Implantationsfluenzen ( $\langle \Phi_E^{\text{RBS-c}} \rangle$ ) durch stufenweises Aufheizen im Temperaturbereich 300-1140 K untersucht.

Abb. 4.23 zeigt die Entwicklung der Schädigung einer Diamantprobe, die mit  $4 \cdot 10^{16} \text{ D/cm}^2$  in Randomrichtung implantiert wurde, vor und nach dem Aufheizen auf 770 K und 1140 K. Es wird eine Abnahme sowohl der Schädigung als auch des Dechanneling-Hintergrundes im gesamten Bereich beobachtet, welche charakteristisch für Ausheilen ist. Diese Entwicklung ist ähnlich zur Entwicklung von deuteriuminduzierten Strahlenschäden im Graphit. Auch für die Implantation von Helium mit verschiedenen Fluenzen wurden Ausheilexperimente durchgeführt. Dabei wurde ein Ausheilen ähnlich zu dem von deuteriuminduzierten Defekten festgestellt. Dieses Verhalten ist verschieden von dem heliuminduzierter Defekte in HOPG. Die Entwicklung der relativen Schädigungsintegrale für mehrere Deuterium- und Heliumfluenzen wird in Abb. 4.24 in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Bei allen Versuchen wurde Ausheilen beobachtet.

## 4.2.3. Defektstruktur

Um festzustellen welche Defekte in Diamant durch die Implantation von Deuterium erzeugt werde, wurde die Energieabhängigkeit des Dechannelingsignals  $\sigma_d \cdot N_d$  für eine mit  $5 \cdot 10^{15} \text{ D/cm}^2$  implantierte Probe untersucht (Abb. 4.25). Aus dem Fit mit der Abhängigkeit  $a \cdot E^y$  läßt sich ein Exponent  $y = -0.8 \pm 0.35$  bestimmen. Die großen Fehler beim



**Abb. 4.25** Energieabhängigkeit von  $\sigma_D \cdot N_D$  für Diamant implantiert mit  $5 \cdot 10^{15}$  D/cm<sup>2</sup>.

Exponenten rühren hauptsächlich vom Meßpunkt bei 1.4 MeV her. Der Wert von  $\gamma$  liegt zwischen den vorausgesagten für Punktdefekte (-0.5) und amorphen Schichten (-1). Diese Werte deuten darauf hin, daß es sich um Punktdefekte oder kleine Cluster handelt. Das stimmt mit dem Ausheilverhalten gut überein.

#### 4.2.4. Einfang und Desorption von Deuterium und Helium

Um das unterschiedliche Verhalten von Helium und Deuterium in HOPG und Diamant insbesondere beim thermischen Ausheilen von heliuminduzierten Strahlenschäden besser zu verstehen, wurde zusätzlich zu den Strahlenschädenerzeugungs- und Ausheilmessungen der Einfang und die Desorption von implantiertem Gas untersucht. Bei der Implantation von Deuterium ist es von besonderem Interesse festzustellen, ob der Einfang für die Implantation in Gitterführungs- und Randomrichtung Unterschiede zeigt. Für die Implantation in Gitterführungsrichtung haben wir gesehen, daß die integralen Schäden eine Schwellenfluenz von etwa  $1.5 \cdot 10^{16}$  D/cm<sup>2</sup> zeigen. Abb. 4.26 zeigt die eingefangene Deuteriummenge in Abhängigkeit von der implantierten Fluenz für den Beschuß in Random- und Gitterführungsrichtung. Gleiches Aufsammeln wird für beide Richtungen beobachtet.

Für Fluenzen kleiner als  $7 \cdot 10^{16}$  D/cm<sup>2</sup> ist der Einfang linear und innerhalb der Fehlergrenzen nahezu 100%. Für höhere Fluenzen geht die eingefangene D-Menge allmählich in Sättigung über, bis bei einer Fluenz von  $2.4 \cdot 10^{18}$  D/cm<sup>2</sup> eine aufgesammelte Menge von etwa  $10^{18}$  D/cm<sup>2</sup> erreicht wird. Unter Berücksichtigung einer Implantationstiefe von 130 nm entspricht dies einem Verhältnis von 0.43 D/C. Das stimmt gut mit der Sättigungskonzentration für Deuterium in Graphit überein [Staudenmaier 1979].



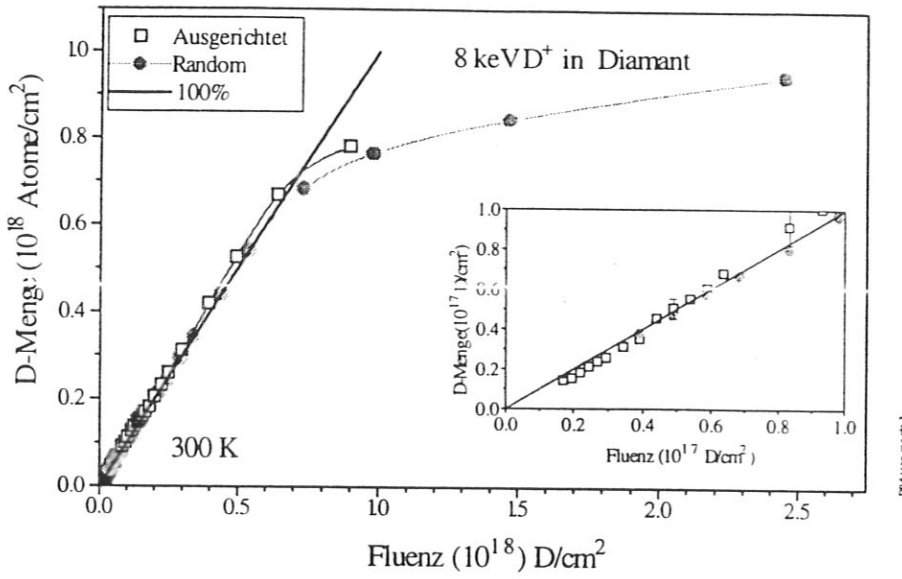


Abb. 4.26 Eingefangene Deuteriummenge in Diamant in Abhängigkeit der Fluenz für die Implantation in Random- und Gitterführungsrichtung.

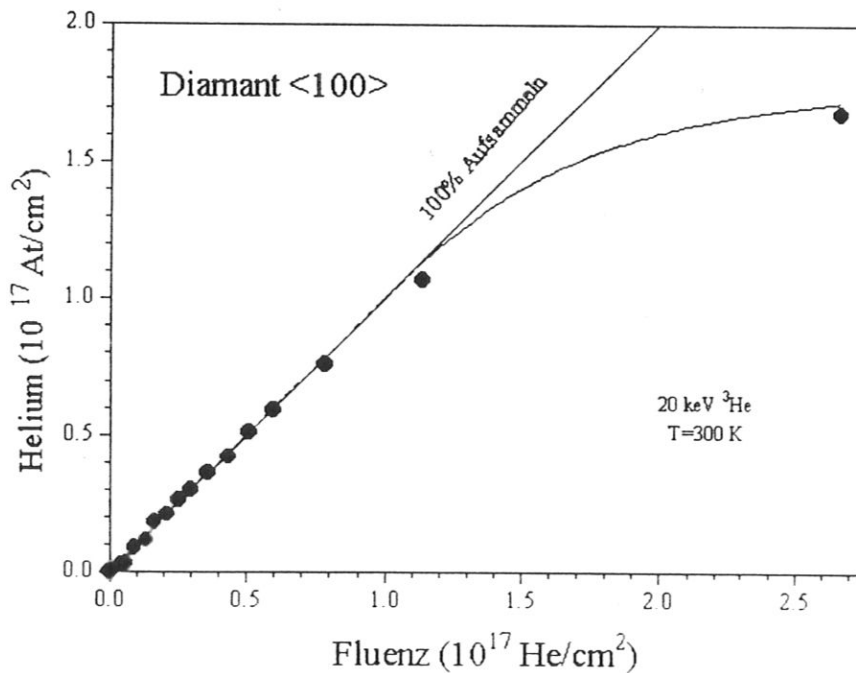
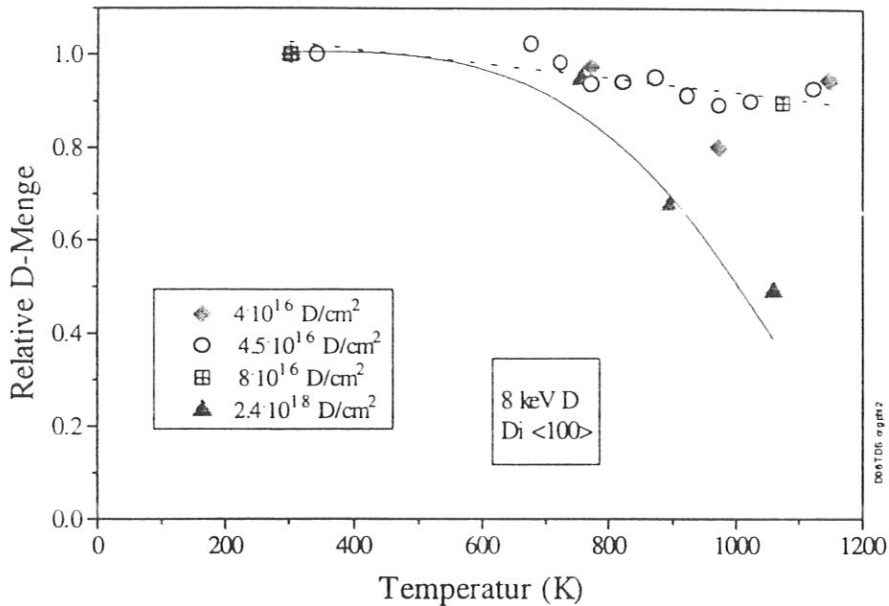


Abb. 4.27 Eingefangene Heliummenge in Diamant in Abhängigkeit der Fluenz für die Implantation in Randomrichtung bei 300 K.



**Abb. 4.28** Deuteriumdesorption aus Diamant

Abb. 4.27 zeigt den Heliumeingang für die Implantation in Randomrichtung. Der Verlauf der Kurve ist ähnlich zum Eingang von Wasserstoff in Diamant aber verschieden von dem für Helium in Graphit. Die Sättigung tritt früher als für Deuterium ein. Eine Sättigungsmenge von etwa  $1.7 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> stellt sich ein. Unter Annahme einer aus TRIM.SP-Rechnungen erhaltenen Implantationstiefe von 1140 Å entspricht dies einer Konzentration von  $\sim 0.08$  He/C. Eine optische Untersuchung der implantierten Schicht zeigte eine sehr gleichförmige Oberfläche ohne Blister oder Blasen.

Abb. 4.28 zeigt die relative D-Menge in Abhängigkeit von der Temperatur im Bereich 300-1140 K für verschiedene Fluenzen in Diamant. Für Fluenzen kleiner als  $8 \cdot 10^{16}$  D/cm<sup>2</sup> ist bis zur Temperatur von 1140 K nur wenig Desorption zu beobachten. Für  $2.4 \cdot 10^{18}$  D/cm<sup>2</sup> setzt die Desorption zwischen 600 und 800 K ein, und bei 950 K ist etwa die Hälfte des ursprünglich eingefangenen Deuteriums desorbiert. Deuterium hat in Diamant genauso wie in Siliziumkarbid [Siegele 1991] eine höhere Desorptionstemperatur als in Graphit. In Graphit setzt die Desorption schon bei 800 K praktisch unabhängig von der Fluenz ein.

## 4.3. Siliziumkarbid

### 4.3.1. Strahlenschäden

Siliziumkarbidproben in der Modifikation  $\beta$ -SiC Proben wurden mit 20 keV Helium-Ionen bei 300 K und 570 K implantiert. Die Erzeugung von Strahlenschäden, deren Tiefenverteilung sowie  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  und  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  wurden gemessen. Die Implantation erfolgte in der  $\langle 100 \rangle$  Richtung.

Abb. 4.29 zeigt die RBS-c Spektren einer SiC-Probe, die mit 20 keV  $^3\text{He}$ -Ionen bei 300 K unter verschiedenen Fluenzen implantiert wurde. Die Messung erfolgte mit 1 MeV  $^3\text{He}$ -Ionen unter einem Streuwinkel von  $\vartheta=165^\circ$  entlang der  $\langle 100 \rangle$ -Achse. Das Spektrum für die unbeschossene Probe zeigt die Rückstreuung an den oberflächlichen Siliziumatomen bei 660 keV und an den Kohlenstoffatomen bei 360 keV.

Die Rückstreuung an den Siliziumatomen ein Maximum der Strahlenschäden bei einer Rückstreuenergie von 580 keV. Anders als bei der Implantation in die Gitterführungsrichtung von Diamant kann hier keine Verschiebung des Maximums mit der Fluenz festgestellt werden. Für die Rückstreuung an den Siliziumatomen wird die Randomhöhe im Maximum der Schädigung bis  $2 \cdot 10^{16} \text{ He/cm}^2$  ( $=\Phi_A^{\text{RBS-c}}$ ) erreicht. Sie wird in der gesamten implantierten Tiefe bei  $4 \cdot 10^{16} \text{ He/cm}^2$  ( $=\Phi_E^{\text{RBS-c}}$ ) erreicht. Das Verhältnis Peakhöhe zu Dechannelinghöhe  $H_p/H_d$  liegt bei 1.5-2.

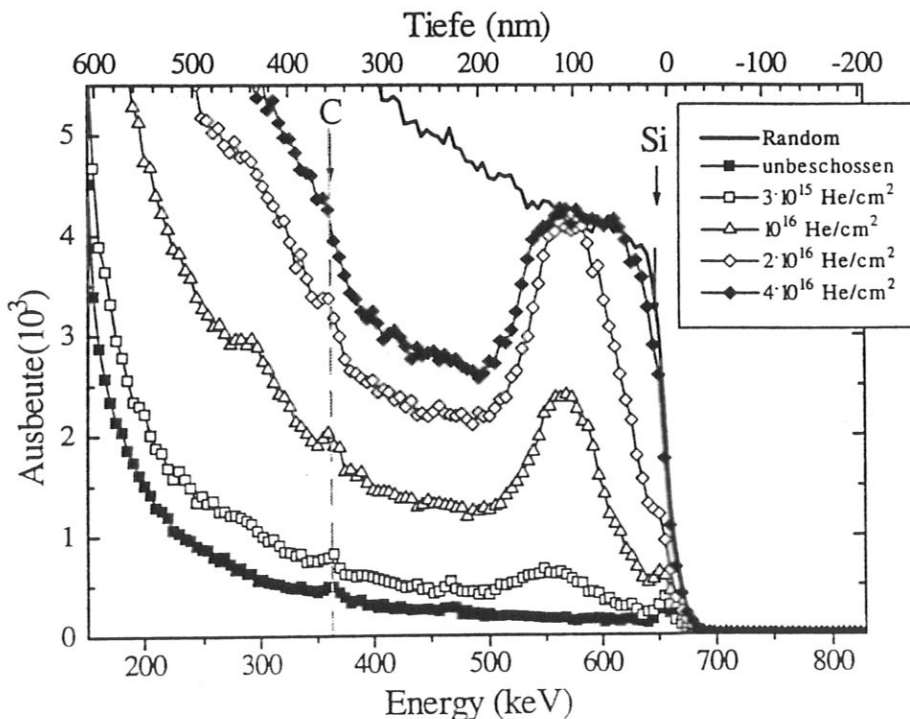
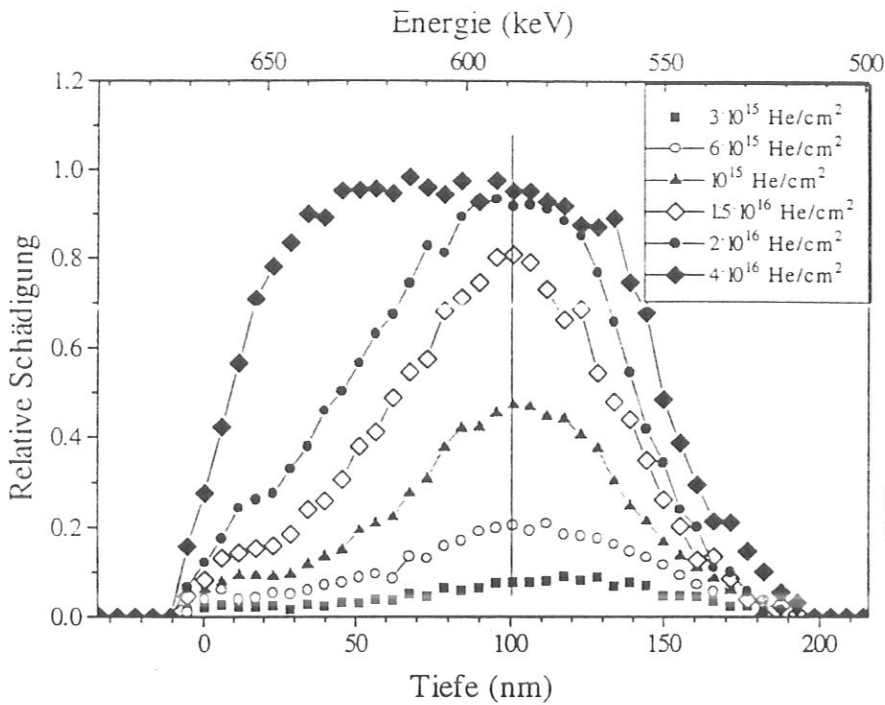


Abb. 4.29 RBS-c Spektren für die Implantation von 20 keV  $^3\text{He}$  in SiC $\langle 100 \rangle$  bei 300 K. Die Messung erfolgte mit 1 MeV  $^3\text{He}$ -Ionen und  $\vartheta=165^\circ$ .

### 4.3 SILIZIUMKARBID



**Abb. 4.30** Tiefenverteilung der Schädigung für die Implantation von 20 keV  $^3\text{He}$  in  $\text{SiC}\langle 100 \rangle$  bei 300 K.

Die Rückstreuung an den Kohlenstoffatomen (250-320 keV) zeigt die Entwicklung der Schädigung weniger deutlich. Bei  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  wird in diesem Teil des Spektrums die Randomhöhe nicht erreicht. Dies liegt an dem um einen Faktor  $(6/14)^2$  kleineren Rückstreuquerschnitt der Kohlenstoffatome im Vergleich zu dem der Siliziumatome. Unter Berücksichtigung dieses Empfindlichkeitsfaktors wird beobachtet, daß die Schädigung an den Kohlenstoffatomen und an den Siliziumatomen gleich groß ist.

Die aus diesen Spektren berechneten Tiefenverteilungen der Schädigung für die Siliziumatome sind in Abb. 4.30 dargestellt. Aufgetragen ist die normierte Ausbeute  $\chi$  in Abhängigkeit von der Tiefe. Die Strahlenschäden erstrecken sich bereits für die kleinste Fluenz von  $3 \cdot 10^{15} \text{ He/cm}^2$  von der Oberfläche bis zu einer Tiefe von etwa 200 nm mit einem Maximum bei etwa 100 nm. Dieses verschiebt seine Lage, die in der Abbildung durch einen vertikalen Strich markiert ist, bis zum Erreichen der Randomhöhe nicht, sondern bleibt wie bereits erwähnt bei derselben Tiefe. Für Fluenzen größer als  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  wird nur eine Verbreiterung zur Oberfläche hin beobachtet, dagegen nicht in die Tiefe.

Abb. 4.31. zeigt die RBS-c Spektren für die Implantation von 20 keV  $^3\text{He}$ -Ionen in SiC bei 540 K. Bereits für eine Fluenz von  $3 \cdot 10^{15} \text{ He/cm}^2$  wird ein Schadenpeak im Rückstreuspektrum der Siliziumatome zwischen 350 und 450 keV beobachtet, dessen Maximum bei 400 keV liegt. Für die weitere Implantation von Helium nimmt die Schädigung zu bis bei  $\Phi_A^{\text{RBS-c}} = 5 \cdot 10^{16} \text{ He/cm}^2$  die Randomhöhe erreicht wird. Für die höchste Implantationsfluenz von  $1.1 \cdot 10^{17} \text{ He/cm}^2$  wird die Randomhöhe in der gesamten implantierten Tiefe noch nicht erreicht. Dabei ist die Ausbeute aus dem oberflächennahen Bereich (470-500 keV) deutlich kleiner als Random. Der Oberflächenpeak ist nach Implantation bei 540 K noch zu erkennen, während er nach Implantation bei 300 K zu einer Schulter wird. Die Fluenzen  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  und  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  für die Implantationen bei 300 K und 540 K sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

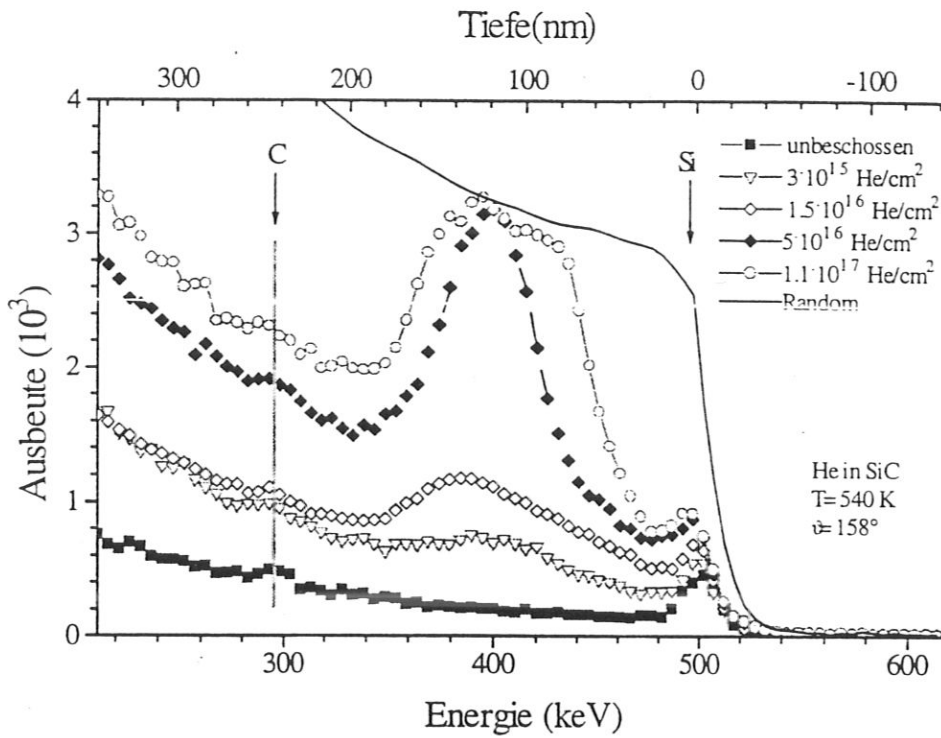


Abb. 4.31 RBS-c Spektren für die Implantation von  $^3\text{He}$  in SiC bei 540 K. Die Analyse erfolgte mit 1 MeV  $^4\text{He}$  Ionen und  $\vartheta=165^\circ$ .

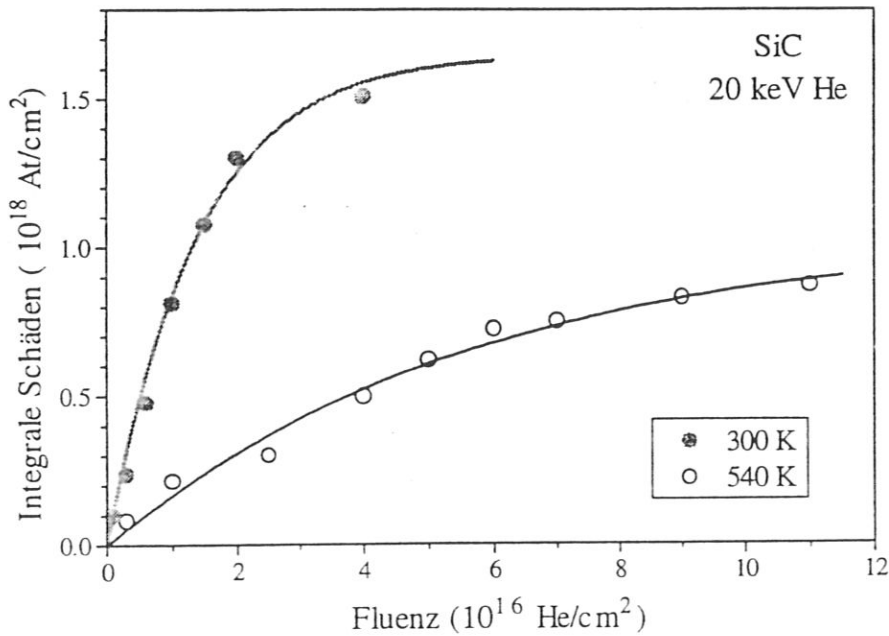


Abb. 4.32 Integrale der Schäden in Abhängigkeit von der Fluenz für die Implantation von  $^3\text{He}$  in SiC bei 300 K und 540 K. Die durchgezogenen Linien sind da, um das Auge zu führen.

### 4.3 SILIZIUMKARBID

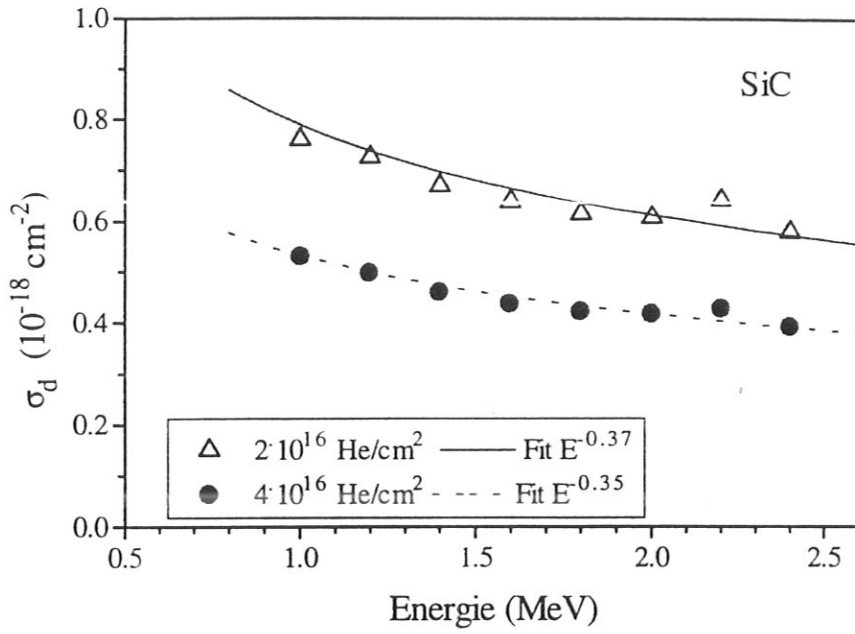
Temperatur (K)	$\Phi_A^{\text{RBS-c}}$ (He/cm <sup>2</sup> )	$\Phi_E^{\text{RBS-c}}$ (He/cm <sup>2</sup> )
300	$2 \cdot 10^{16}$	$4 \cdot 10^{16}$
540	$5 \cdot 10^{16}$	$> 10^{17}$

**Tab. 4.3** Die Fluenzen  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  und  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  für die Implantation von 20 keV He in SiC bei 300 K und 540 K.

Die integralen Schäden, die aus den Spektren der Abb. 4.29 und 4.31 unter Annahme der in Kapitel 3.1.2 Voraussetzungen berechnet wurden, sind in Abb. 4.32 in Abhängigkeit von der Fluenz dargestellt. Die integralen Schäden bei 300 K nehmen schneller zu als bei 540 K. Die Kurve für 300 K ist zunächst praktisch linear und geht für Fluenzen größer als  $2 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> allmählich in die Sättigung über. Bei 540 K ist schwer zu erkennen ob der Anfangsanstieg der Kurve linear oder exponentiell ist. Das Ereignis bei  $1-1.5 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> spiegelt sich auf die integrale Schäden kaum. Hieraus werden  $A_d^{\text{RBS-c}} = 80$  bei 300 K und  $A_d^{\text{RBS-c}} = 10$  bei 540 K bestimmt.

#### 4.3.2. Defektstruktur

Zur Bestimmung der Art der Defekte, die durch die Implantation von Helium in Siliziumkarbid bei 300 K entstehen, wurde die Energieabhängigkeit von  $\sigma_d$  für zwei ausgewählte Fluenzen ( $2 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> =  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  und  $4 \cdot 10^{16}$  He/cm<sup>2</sup> =  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$ ) untersucht. Sie wird in Abb. 4.33 gezeigt. Für die Analyse wurden 1-2.4 MeV <sup>3</sup>He<sup>+</sup>-Ionen verwendet. Bei gleicher Analyseenergie ist der Dechanneling-Querschnitt für  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  etwa 30% größer als für  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$ . Die Energieabhängigkeit ergibt einen Exponenten von -0.37 bei  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  und -0.35 bei  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$ . Diese Exponenten sind kleiner als die für Punktdefekte erwarteten von -0.5 oder für amorphe Schichten von -1.



**Abb. 4.33** Energieabhängigkeit von  $\sigma_d$  für Heliumdefekte in SiC. Die Messung wurde mit 1-2.4 MeV  $^3\text{He}$ -Ionen durchgeführt.

## 5. Diskussion

### 5.1 Strahlenschäden

Bei der Implantation von Helium und Wasserstoff in Graphit werden zunächst durch Stöße zwischen den einfallenden Ionen und den Gitteratomen verlagerte Atome und Leerstellen erzeugt. Das einfallende Wasserstoffion wird nach Abgabe seiner kinetischen Energie an Fehlstellen des Gitters an Kohlenstoffatome chemisch mit einer Bindungsenergie von 2-4.3 eV gebunden [Causey 1979, Causey 1986, Gotoh 1984, Erents 1976b]. Somit ist der aufgesammelte Wasserstoff unterhalb von 800-900 K unbeweglich. Im Gegensatz dazu ist Helium, zumindest parallel zu den Basalebene mit kleiner Aktivierungsenergie (0.75-1.17 eV [Jung 1991]) beweglich. Wegen der kleinen Löslichkeit [Wilson 1984] neigt Helium jedoch dazu, Präzipitate zu bilden, die zu Blistern und Ablättern führen können.

Die Messungen haben gezeigt, daß bei Graphit Blisterbildung durch Helium bereits bei 500-600 K auftritt, während sie für die Implantation von Deuterium nicht beobachtet wurde. Daher ist ein Vergleich der Heliumimplantation mit der von Deuterium nur bis etwa 450 K möglich. Im Gegensatz zu Graphit sind die kubischen Kristalle Diamant und Siliziumkarbid wesentlich unempfindlicher gegen Blistern. An ihnen läßt sich also das unterschiedliche Verhalten von chemisch aktivem Deuterium und inertem Helium besser studieren.

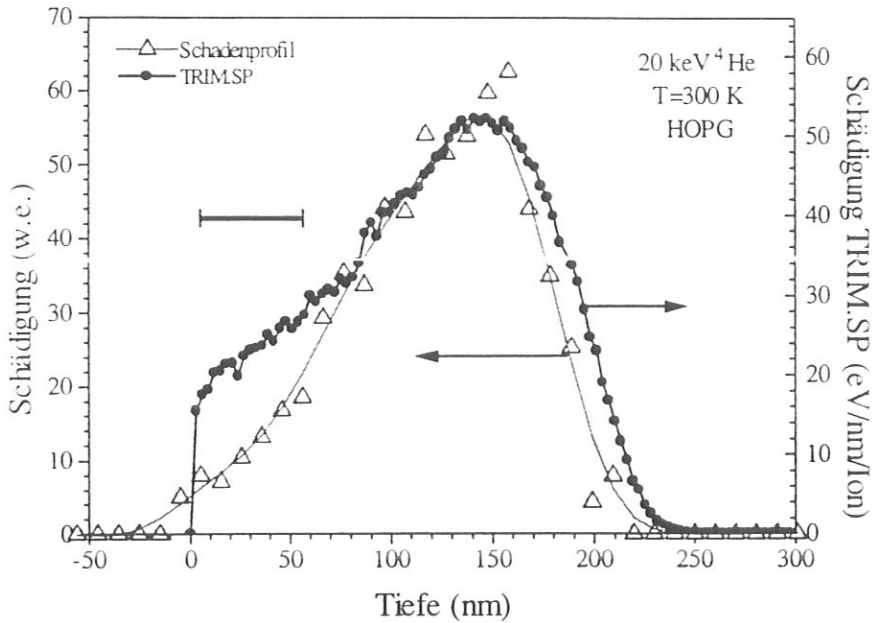
#### 5.1.1 Strahlenschädenerzeugung

##### 5.1.1.1 Vergleich zwischen RBS-c und TRIM.SP

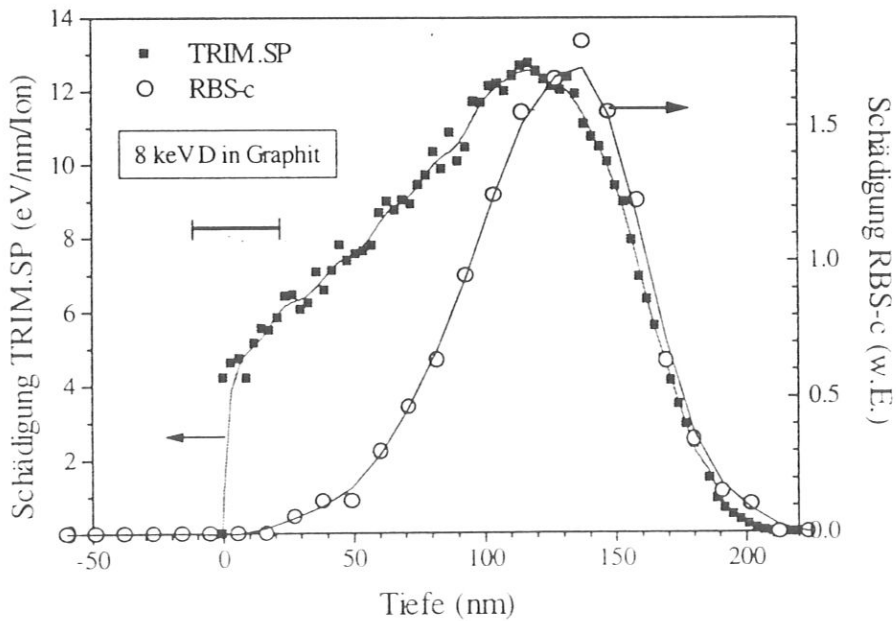
Bei der Bestimmung der Strahlenschäden mit RBS-c werden Spektren gemessen, die durch direkte Rückstreuung an Festkörperatomen erzeugt werden, die aus ihrer Gitterposition um einen Betrag größer als  $R_c$  (siehe Kap. 3) verlagert sind. In der einfachsten Vorstellung handelt es sich um Frenkeldefekte. Da jedoch Zwischengitteratome bei Zimmertemperatur bereits beweglich sind, lagern sie sich zu ausgedehnten Defekten zusammen. Es können dabei auch Ausheilvorgänge stattfinden.



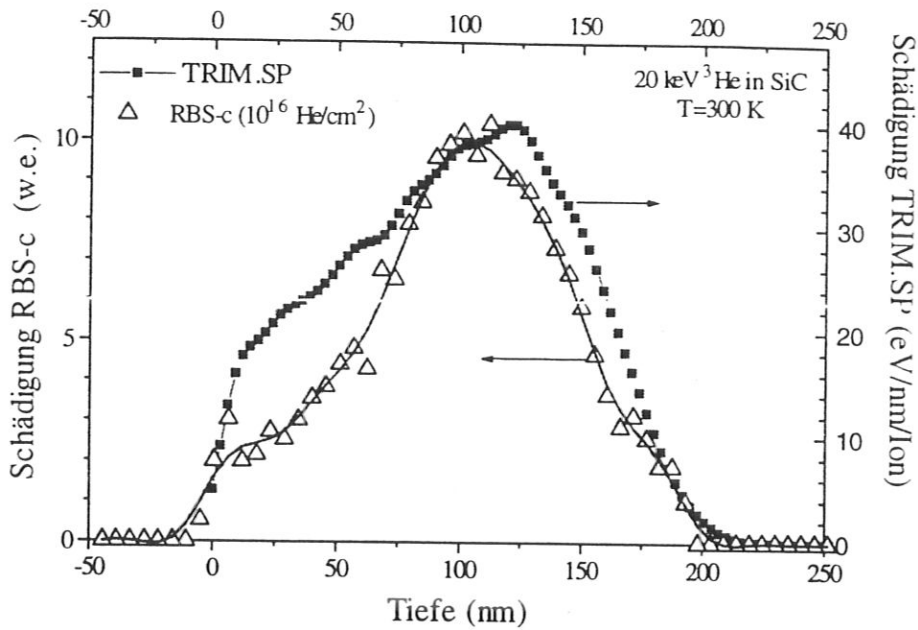
## 5.1 DISKUSSION: STRAHLENSCHÄDEN



**Abb. 5.1 a** Die Tiefenverteilung der Schädigung (RBS-c) bei 300 K und der gerechneten Schädigung (TRIM.SP) für 20 keV Helium in Graphit. Die TRIM.SP Rechnung wurde  $E_d=25$  eV [Eggen 1950, Eckstein 1991] durchgeführt. Die Tiefenauflösung wird mit dem waagerechten Balken dargestellt.



**Abb. 5.1 b** Die Tiefenverteilung der Schädigung (RBS-c) bei 300 K und der gerechneten Schädigung (TRIM.SP) für 8 keV Deuterium in HOPG. Die TRIM.SP Rechnung wurde  $E_d=25$  eV [Eggen 1950, Eckstein 1991] durchgeführt. Die Tiefenauflösung wird mit dem waagerechten Balken dargestellt.



**Abb. 5.1 c** Die Tiefenverteilung der Schädigung (RBS-c) bei 300 K und der gerechneten Schädigung (TRIM.SP) für 20 keV Helium in SiC. Für die TRIM.SP Rechnung wurde  $E_d=25$  eV verwendet.

Eine Theorie, die all diese Vorgänge quantitativ erfasst, gibt es nicht. Die Erzeugung einfacher atomarer Defekte lässt sich jedoch mit numerischen Modellrechnungen unter Annahme des Zweierstoßmodells (z.B. TRIM.SP [Eckstein 1991]) beschreiben. Sie berücksichtigen aber keine Ausheilprozesse.

In Graphit sind bei 300 K nur einfache Zwischengitteratome beweglich, während Leerstellen erst oberhalb von 1300 K beweglich werden [Thrower 1978]. Im Temperaturbereich 500-2300 K heilen Strahlenschäden in Graphit (HOPG) sehr langsam [Roth 1988] mit einer Aktivierungsenergie von 0.15 - 0.2 eV aus. Deswegen können bei 300 K Ausheileffekte in Graphit vernachlässigt werden und ein Vergleich mit Modellrechnungen ist möglich.

Die RBS-c-Schädigungsprofile werden in Abb. 5.1 a - e für Graphit, SiC und Diamant verglichen. Für die Implantation von Helium in Graphit (Abb. 5.1a) zeigen die gemessene und die gerechnete Schädigung ihr Maximum bei derselben Tiefe. Die gemessenen Profile weichen jedoch von den berechneten im Oberflächenbereich und in größeren Tiefen jenseits des Maximums ab. Die Abweichung im Abfall zu großen Tiefen ist kleiner als die Tiefenauflösung. Im Oberflächenbereich geht die gemessene Verteilung gegen null, während die Rechnung endliche Werte liefert. Dieser Unterschied hat seinen Ursprung vermutlich in Ausheilprozessen, die wegen der Nähe zur Oberfläche bereits bei 300 K ablaufen. Für die Deuteriumimplantation (Abb. 5.1 b) stimmen die Maxima der Rechnung und der Messung gut überein. Die Übereinstimmung im Oberflächenbereich ist schlechter als für die Heliumimplantation. Dieser Unterschied ist damit erklärbar, daß die Fluenz, die für den Vergleich ausgesucht wurde, relativ groß ist ( $\Phi \sim \Phi_A^{\text{RBS-c}}$ ) und wegen Ausheileffekten das Schädigungsprofil schmäler ist als bei kleineren Fluenzen. Für große Tiefen wird eine gute Übereinstimmung zwischen Rechnung und Messung beobachtet.

## 5.1 DISKUSSION: STRAHLENSCHÄDEN

Ein Vergleich zwischen Messung und Modellrechnung für die Implantation von Helium in SiC ( $\beta$ -SiC) wird in Abb. 5.1c dargestellt. Beide zeigen einen ähnlichen Verlauf wie für Helium in Graphit. In diesem Fall ist die experimentelle Tiefenauflösung besser als für Graphit. Die Abweichungen der Messung sowohl im Oberflächenbereich wie auch im Abfall zu großen Tiefen sind etwas größer als in Graphit. Eine bessere Übereinstimmung zwischen Messung und Rechnung wurde für die Implantation von Deuterium in SiC von Siegele festgestellt [Siegele 1991].

Für Diamant wird der Vergleich Messung-Rechnung für Helium und Deuterium jeweils für zwei implantierte Fluenzen in Abb. 5.1 d bzw. e gezeigt. Die Tiefenverteilung der gemessenen Strahlenschäden ist sowohl für Wasserstoff wie für Helium deutlich schmäler als die gerechnete Verteilung. Bei der Rechnung dehnt sich das Schädenprofil 20 bis 30 nm weiter in die Tiefe aus als experimentell beobachtet wurde. Da die Energieverluste von D und He im Energiebereich von einigen keV in Diamant experimentell nicht bekannt sind, wurden für die Rechnung die semiempirischen Werte von Ziegler und Anderson verwendet, die im Bereich hoher Energien (3-12 MeV/amu [Fearick 1980b]) gut mit den gemessenen übereinstimmen. Wie in Kapitel 2.2.2 erklärt wird, ist die Verlagerungsenergie  $E_d$  in der Regel nicht gut bekannt. Es hat sich gezeigt, daß eine Änderung der Verlagerungsenergie zwischen 20 und 80 eV einen geringfügigen Einfluß auf die gerechnete Tiefenverteilung hat.

Experimentell wurde gefunden, daß bei der Implantation von Diamant die Oberflächenleitfähigkeit der Probe Einfluß auf die Tiefenverteilung der Schädigung hat. Dies läßt eine Abbremsung der Ionen durch Aufladung der Probe vermuten. Dieser Effekt war deutlicher bei Helium als bei Deuterium zu beobachten. Um die Oberflächenleitfähigkeit zu erhöhen wurde eine leitfähige dünne Schicht aufgedampft (5 nm Wolfram). Der Unterschied zwischen gemessenen und gerechneten Tiefenverteilungen wurde bei diesen Proben um etwa 30% reduziert.

Beim Vergleich der gemessenen und gerechneten Schädigungsprofile wird für HOPG und SiC eine gute qualitative Übereinstimmung festgestellt, nicht jedoch für Diamant.

Für einen quantitativen Vergleich von Rechnung und Messung können die mit TRIM.SP gerechneten mittleren Anzahlen gebildeter Defekte pro Ion  $A_d^{\text{TRIM.SP}}$  und die aus RBS-c-Messungen erhaltenen Anzahlen gebildeter Strahlenschäden pro Ion  $A_d^{\text{RBS-c}}$  (siehe Kap 4.1) verwendet werden. Diese Werte sind in Tabelle 5.1 angegeben. Bei Graphit beträgt der Unterschied zwischen  $A_d^{\text{TRIM.SP}}$  und  $A_d^{\text{RBS-c}}$  etwa eine Größenordnung, während für Diamant die Differenz kleiner ist. Für SiC erhält man eine gute Übereinstimmung. Es kann beobachtet werden, daß für jedes Material die Unterschiede zwischen Messung und Rechnung unabhängig von der implantierten Ionensorte sind. Dies deutet darauf hin, daß die Ursache dieser Unterschiede physikalischer oder rechnerischer, aber nicht chemischer Natur sind. In Graphit ist zwar die Übereinstimmung der gemessenen und gerechneten Form der Tiefenprofile gut, dafür findet man besonders große Unterschiede der integralen Schadenkonzentrationen.

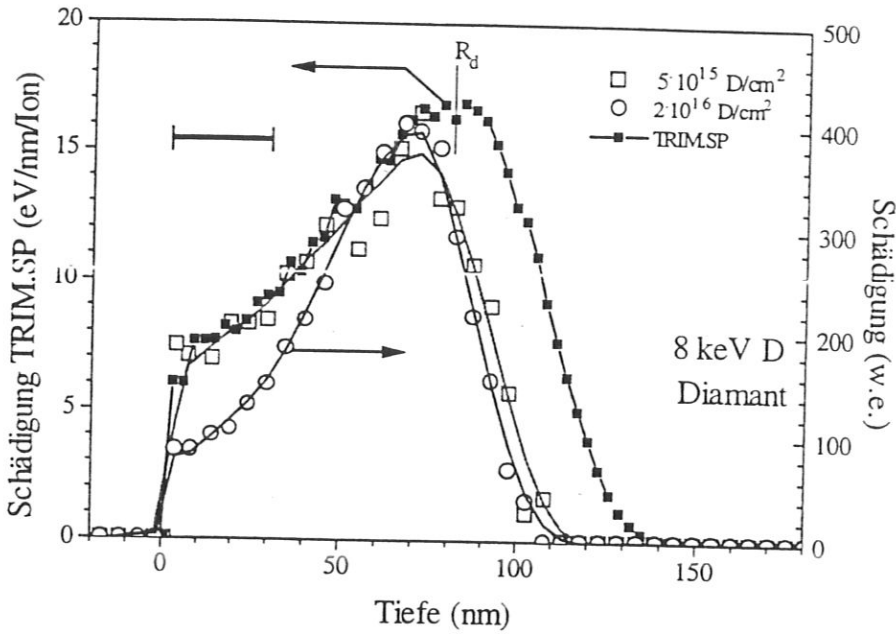


Abb. 5.1 d

Die Tiefenverteilung der Schädigung (RBS-c) bei 300 K und der gerechneten Schädigung (TRIM.SP) für 8 keV Deuterium in Diamant. Für die TRIM.SP Rechnung wurde  $E_d=35$  eV verwendet. Die Höhe der Schädigung bei der kleineren Fluenz wurde zur Höhe der größeren Fluenz angepaßt.

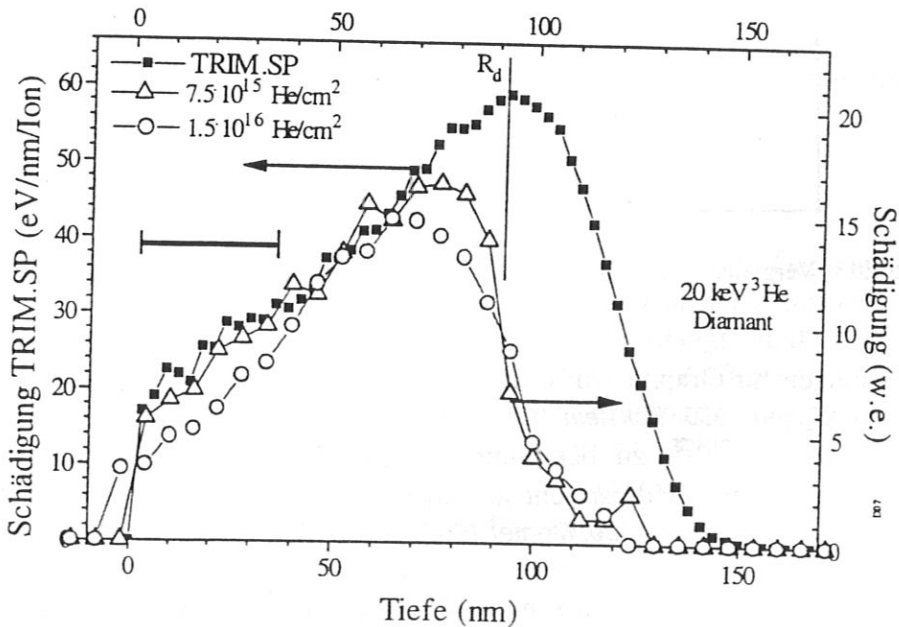


Abb. 5.1 e

Die Tiefenverteilung der Schädigung bei 300 K und der gerechneten Schädigung (TRIM.SP) für 20 keV  $^3\text{He}$  in Diamant. Für die TRIM.SP Rechnung wurde  $E_d=35$  eV verwendet. Die Höhe der Schädigung bei der kleineren Fluenz wurde zur Höhe der größeren Fluenz angepaßt.

## 5.1 DISKUSSION: STRAHLENSCHÄDEN

Material	Ion	$A_d^{RBS-c}$	$A_d^{TRIM.SP}$	$A_d^{RBS-c}/A_d^{TRIM.SP}$
HOPG	20 keV $^4\text{He}$	1160	77	15
	8 keV D (*)	256	20	13
Diamant	20 keV $^3\text{He}$	113	40	2.8
	8 keV D	51	14	3.6
SiC	20 keV $^3\text{He}$	80	60	1.3
	12 keV D (*)	19	24	0.8

**Tab. 5.1** Vergleich zwischen gemessener  $A_d^{RBS-c}$  und gerechneter  $A_d^{TRIM.SP}$  Anzahl verlagelter Atome pro Ion für Graphit (HOPG), Diamant und SiC bei 300 K. (\*) Daten aus Referenz [Siegele 1991].

Ion	Material	$A_d^{RBS-c}$	$A_d^{TRIM.SP}$
8 keV D	HOPG	256 (*)	20
	Diamant	51	14
	HOPG/Diamant	5	1.43
20 keV $^3\text{He}$	HOPG	490	59
	Diamant	113	40
	HOPG/Diamant	4.3	1.47

**Tab. 5.2** Vergleich zwischen HOPG und Diamant. (\*) Daten aus Referenz [Siegele 1991].

Bei den Rechnungen für Graphit wurde ein Wert von  $E_d=25$  eV als Verlagerungsenergie aus den Referenzen [Eggen 1950, Eckstein 1991] verwendet. Um aus der Rechnung einen zehnfach größeren Wert von  $A_d^{TRIM.SP}$  zu bekommen, müßte eine sehr kleine Verlagerungsenergie angenommen werden. Dies widerspricht jedoch verschiedenen Messungen der Verlagerungsenergie ( $E_d=25-60$  eV) [Eggen 1950, Montet 1967, Ohr 1972].

Für Diamant ist der Unterschied zwischen  $A_d^{RBS-c}$  und  $A_d^{TRIM.SP}$  kleiner als für HOPG. Da in Diamant die Tiefenverteilung der Schäden durch die Rechnung nicht gut wiedergegeben wird, ist eine quantitative Übereinstimmung nicht zu erwarten. Da bereits die kleinste Verlagerungsenergie von  $E_d=35$  eV für die Rechnung verwendet wurde [Eckstein 1993], kann der beobachtete Unterschied durch die Wahl einer anderen Verlagerungsenergie nicht beseitigt werden. Die Werte für  $E_d$  liegen in Abhängigkeit von der Orientierung zwischen 35 und 80 eV [Eckstein 1991]. Die Verwendung eines Mittelwerts ergäbe einen noch größeren Unterschied zwischen  $A_d^{RBS-c}$  und  $A_d^{TRIM.SP}$ .

Energie	$R_d$	$A_d^{TRIM.SP}$
25 keV	220 nm	83
20 keV	190 nm	77
Unterschied (25 keV) zu (20 keV)	16 %	9 %

**Tab. 5.3** Vergleich zwischen der Maxima der mit TRIM.SP gerechneten Tiefenverteilung der Schädigung ( $R_d$ ) und  $A_d^{TRIM.SP}$  für 20 keV und 25 keV He in Graphit. Für beide Rechnungen wurde  $E_d=25$  eV verwendet.

Mit 8 keV implantiertes Deuterium erzeugt in Diamant fünfmal weniger Strahlenschäden als in HOPG (Tab. 5.2). Für 20 keV  $^3\text{He}$  beträgt dieser Unterschied etwa einen Faktor 4. Aus dem Unterschied der entsprechenden Verlagerungsenergien in beiden Materialien (25 eV für Graphit und 35 eV für Diamant) wäre ein Unterschied von 1.4 für 8 keV Deuterium und von 1.5 für 20 keV  $^3\text{He}$  zwischen der Schädigung in Graphit und Diamant zu erwarten. Somit wird mit der RBS-c-Methode eine höhere Schädigung in Graphit als in Diamant für die Implantation sowohl von Deuterium als auch von Helium beobachtet.

Für SiC wird eine gute Übereinstimmung zwischen den Mittelwerten  $A_d^{TRIM.SP}$  und  $A_d^{RBS-c}$  beobachtet. Für diese Rechnungen wurde  $E_d=25$  eV gewählt. Die gute qualitative und quantitative Übereinstimmung zwischen Messung und Modellrechnungen zeigt, daß in diesem Fall die Strahlenschäden, die durch die Implantation bei 300 K erzeugt werden, mit TRIM.SP bei  $E_d=25$  eV gut beschreiben werden.

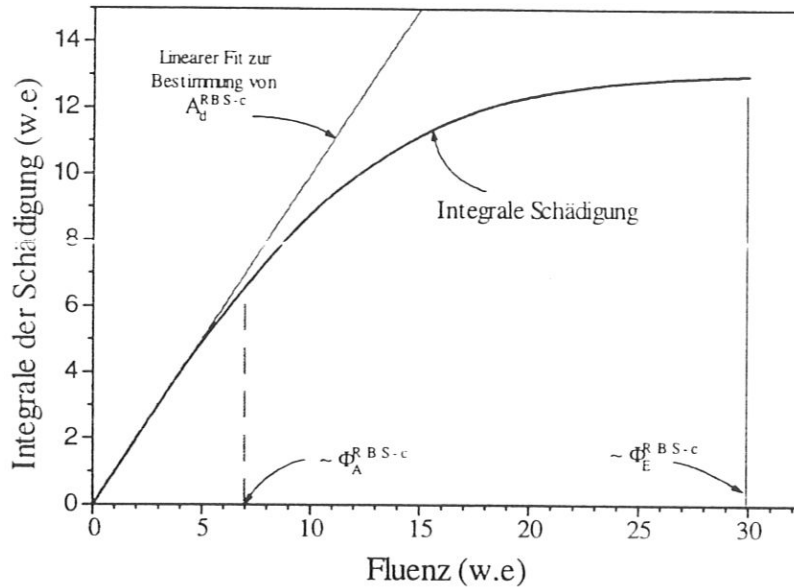
Um den Unterschied zwischen den RBS-c-Messungen und den Modellrechnungen in HOPG aufzuklären, muß die Schädigung mit einer weiteren Methode näher untersucht werden.

### 5.1.1.2 Vergleich zwischen RBS-c und TEM

Die Elektronenmikroskopie ermöglicht die Charakterisierung von Defekten und die Untersuchung der Amorphisierung. Diese wird durch das Auftreten diffuser Ringe im Elektronenbeugungsbild erkennbar. In der Literatur werden Anfangs- und Endzustand der Amorphisierung unterschieden. Der Beginn wird durch das erste Auftreten eines schwachen Beugungsrings charakterisiert, während am Ende der Amorphisierung keine kristalline Struktur im Elektronenbeugungsbild mehr zu erkennen ist. Die Fluenz, bei der die Amorphisierung einsetzt, wird im folgendem  $\Phi^{TEM}$  bezeichnet. In Si und SiC wurde gezeigt, daß bei Temperaturen  $\leq 300$  K das Erreichen der Randomhöhe im RBS-c bei der Fluenz  $\Phi_A^{RBS-c}$  der Amorphisierung des Materials entspricht [Edmond 1986, Edmond 1988, Choyke 1984, Bohn 1987]. In Si und SiC entspricht  $\Phi^{TEM}$  also der Fluenz  $\Phi_A^{RBS-c}$ .

TEM-Ergebnissen für Helium in Graphit in der Literatur sind mit 25 keV Helium gemessen worden. In der vorliegenden Arbeit wird Helium jedoch mit einer Energie von 20 keV implantiert, um vergleichbare Implantationstiefen wie für 8 keV Deuterium zu erreichen. Aus TRIM.SP Simulationen wird ein Unterschied der Tiefe des Maximums der Schädigung  $R_d$  von etwa 16% und ein Unterschied der mittleren Anzahl verlagerter Atome  $A_d^{TRIM.SP}$  von etwa 9% berechnet (Tab. 5.3).

## 5.1 DISKUSSION: STRAHLENSCHÄDEN



**Abb. 5.2** Schematische Darstellung der Integrale der Schädigung in Abhängigkeit der Fluenz zur Bestimmung von  $A_d^{RBS-c}$ .

Ionenart	RBS-c		TEM
	$\Phi_A^{RBS-c}$	$\Phi_E^{RBS-c}$	$\Phi^{TEM}$
20 keV $^4\text{He}$	$10^{15}$	$10^{16}$	$2 \cdot 10^{16}$ [Niwase 1988 (25 keV)]
8 keV D	$4 \cdot 7 \cdot 10^{15}$	$3 \cdot 4 \cdot 10^{16}$	$5 \cdot 10^{16}$ [Siegele 1993]

**Tab. 5.4** Vergleich zwischen TEM und RBS-c Ergebnissen für den Beschuß von He und D in HOPG bei 300 K.

Unter Berücksichtigung dieser Abweichung können TEM und RBS-c Ergebnisse mit einer Genauigkeit von 10% verglichen werden. Die Daten für Graphit werden in Tabelle 5.4 dargestellt. Ein entsprechender Vergleich für Diamant ist nicht möglich, da für die von uns verwendete Energie keine Daten für die Amorphisierung vorhanden sind. Die Amorphisierungsfluenz ist für beide Ionensorten mehr als eine Größenordnung höher als die Fluenz  $\Phi_A^{RBS-c}$ . Der Unterschied zwischen  $\Phi_A^{RBS-c}$  und  $\Phi^{TEM}$  in HOPG wurde erstmals von R. Siegele für die Implantation von Deuterium festgestellt [Siegele 1991]. Bei 293 K ergab sich ein Unterschied von etwa einer Größenordnung, der bei 773 K weiter zunahm. Für den Heliumbeschuß kann ein Vergleich bei hoher Temperatur wegen der Blisterbildung und Ablättern nicht durchgeführt werden.

Obwohl Punktdefekte im Standard TEM nicht abgebildet werden, können sie im Elektronenbeugungsbild nachgewiesen werden [Agullo-Lopez 1988]. Obwohl bei  $\Phi_A^{RBS-c}$  die

Randomhöhe im RBS-c erreicht wird, zeigt das Elektronenbeugungsbild scharfe Spots, die auf eine gute Kristallinität des Materials hinweisen [Siegele 1993]. Aus der Schärfe der Spots kann zusätzlich geschlossen werden, daß die Konzentration von Punktdefekten klein ist.

In HOPG sind die Unterschiede zwischen  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  und  $\Phi^{\text{TEM}}$  und die Unterschiede zwischen der mittleren Anzahl verlagerter Atome  $A_d^{\text{RBS-c}}$  und  $A_d^{\text{TRIM.SP}}$  etwa gleich groß. Dies erklärt sich aus der engen Verknüpfung der Fluenz  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  mit der mittleren Anzahl verlagerter Atome  $A_d^{\text{RBS-c}}$ . Abb. 5.2 zeigt schematisch den Verlauf der Integrale der Schädigung in Abhängigkeit von der Fluenz. Bei der Fluenz  $\Phi_A^{\text{RBS-c}}$  wird etwa 50-60% des Sättigungswertes der Integrale der Schädigung erreicht. Aus der Anfangssteigung der Kurve kann  $A_d^{\text{RBS-c}}$  berechnet werden. Wie aus der Abb. 5.3 ersichtlich, kann  $A_d^{\text{RBS-c}}$  durch folgende Formel innerhalb eines Fehlers von 10% angenähert werden:

$$A_d^{\text{RBS-c}} \sim \frac{\int_0^{\Phi_A^{\text{RBS-c}}} \text{Schädigung d Fluenz}}{\Phi_A^{\text{RBS-c}}} \quad (5.1)$$

Aus dieser Verknüpfung folgt, daß der beobachtete Unterschied zwischen RBS-c und TEM bzw. RBS-c und TRIM.SP denselben Ursprung haben. Es kann vermutet werden, daß die Ursache bei den RBS-c-Messungen in HOPG liegt. Um diesen Punkt weiter aufzuklären muß die Rückstreuung in Graphit näher betrachtet werden.

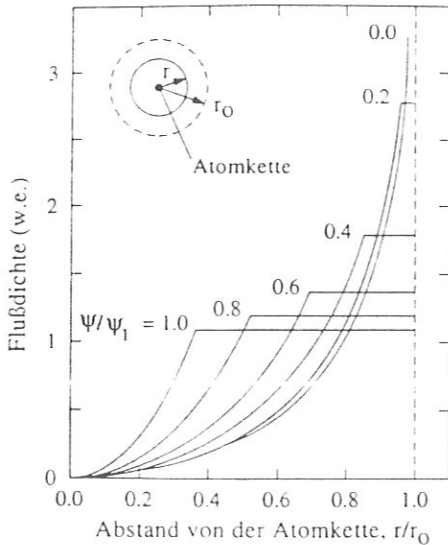
### 5.1.1.3 Die Rückstreuung in Graphit

Im RBS-c tragen sowohl Punktdefekte und kleine Cluster als auch ausgedehnte Defekte zur Rückstreuung bei. Die Randomhöhe wird bei dieser Meßmethode erreicht, wenn die Gitterführung nicht oder nicht mehr vorhanden ist. Dies geschieht selbstverständlich im amorphen Zustand. Wie wir gesehen haben ist HOPG bei der Erreichung der Randomhöhe noch sehr weit von der Amorphisierung entfernt. Die Anwesenheit von amorphen Bereichen kann aber nicht ausgeschlossen werden. Zur Rückstreuung können auch Verzerrungen im Gitter oder Mosaikstrukturen in polykristallinen Materialien beitragen [Sigurd 1973, Elman 1984a]. In SiC wurde beobachtet, daß Spannungen im Material einen Einfluß von etwa 20% auf die Rückstreuung haben können [Edmond 1988]. Verzerrungen in Graphit werden bei der Implantation von Argon, Neon und Helium mit mittleren Energien (~400 keV) beobachtet [Kazumata 1977]. Sie sollten jedoch nur bei der Implantation von Ionen dieser oder höherer Energien vorhanden sein. Diese Verzerrungen werden für die Bildung von Blistern verantwortlich gemacht. Da bei der Implantation von Deuterium bei 300 K keine Blister beobachtet werden, können Verzerrungen vernachlässigt werden. Für Implantation von Helium in HOPG wird sowohl Blisterbildung als auch Abblättern beobachtet. Während die Blisterbildung nur bei hohen Substrattemperaturen auftritt, zeigt sich das Abblättern auch bei Raumtemperatur. Allerdings wird Abblättern bei Raumtemperatur erst für Fluenzen beobachtet, die weit oberhalb der Fluenz liegen, bei der die Randomhöhe in der gesamten implantierten Tiefe erreicht wird. Deswegen kann abgeschätzt werden, daß bei kleinen Fluenzen ( $\Phi < \Phi_E^{\text{RBS-c}}$ ) der Einfluß von Verzerrungen auf die Rückstreausbeute klein ist.

Die Mosaikstruktur von HOPG ergibt einen weiteren Beitrag zur Rückstreausbeute. Die Größe des Beitrages hängt von der Analyseenergie und der Mosaikbreite ab (siehe Kap. 3.1.2.2). Bereits eine Mosaikbreite von  $1^\circ$  würde genügen, um die Randomhöhe zu ergeben. Aus TEM-Untersuchungen der Implantation von Deuterium in HOPG wurde auf die Spaltung von Kristalliten in kleiner Bruchstücke geschlossen [Siegele 1993]. Die gespaltenen Kristallite



## 5.1 DISKUSSION: STRAHLENSCHÄDEN

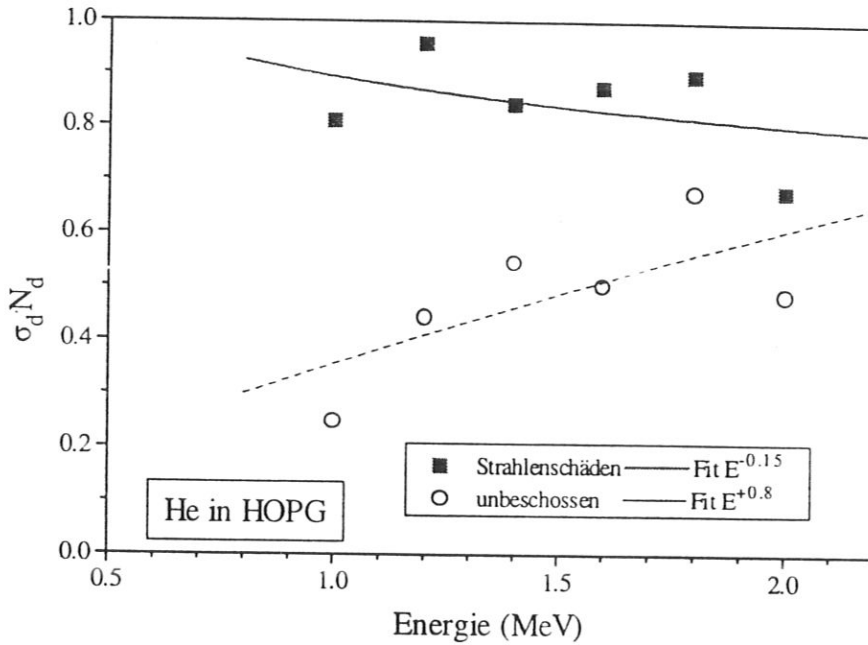


**Abb. 5.3** Flußdichte der analysierenden Ionen entlang einer Gitterführungsrichtung in Abhängigkeit des Abstandes zur Atomkette für verschiedene Einfallswinkel  $\psi$ . Der mittlere Abstand zwischen den Atomketten wird mit  $r_0$  bezeichnet.  $\psi_1$  wird durch Gl. 3.15 definiert.

werden zusätzlich verkippt. Diese Aussagen basieren auf Elektronengitterführungs- ( $e^-$ -channeling)-Beobachtungen. Hierbei wurde eine Verkipfung von etwa  $1^\circ$  bei den gespaltenen Kristalliten gemessen. Die Elektronengitterführung ist eine bewährte Methode zur Bestimmung der Mosaikbreite von Graphit [Yoshida 1992]. Eine derartige Untersuchung für die Implantation von Helium in Graphit existiert nicht. Auch bei der Implantation von Helium in HOPG wird die Spaltung von Kristalliten erwartet, da die Mechanismen, die zur Schädigung bei 300 K führen, für Helium und Deuterium gleich sind (siehe Kap 5.1.1.5).

In der Literatur wird über eine sehr schnelle Änderung der Kristallitgrößen mit der Implantationsfluenz berichtet [Elman 1981, Ashida 1986, Niwase 1990]. Bei unseren RBS-c-Untersuchungen wird eine langsame Entwicklung der Schädigung mit der Fluenz beobachtet. Die Reduktion der Kristallitgröße wurde sowohl bei Helium- als auch bei Deuteriumbeschuß mit Ramanspektroskopie beobachtet. Um auf die Kristallitgröße zu schließen wurde der Zusammenhang zwischen Ramanintensitäten und Kristallitgröße von Tuinstra verwendet [Tuinstra 1970]. In einer späteren Arbeit wurde dieser Zusammenhang für implantierte Proben in Frage gestellt, weil die Ramanintensität von der phononischen Korrelationslänge abhängt, und nicht nur durch die Kristallitgröße, sondern auch durch Defekte beeinflusst werden kann [Niwase 1992a]. Somit sind die Aussagen über eine schnelle Änderung der Kristallitgröße mit der Implantationsfluenz [Elman 1981, Ashida 1986, Niwase 1990] nicht richtig.

Es ist nicht sicher, ob die Spaltung und Kippung von Kristalliten alleine verantwortlich für die beobachtete außergewöhnliche Rückstreuung von Ionen an HOPG ist. So liefert eine lokale Umordnung in der Umgebung eines Defektes einen wichtigen Beitrag zur Rückstreausbeute. Beim Herausschlagen eines Atoms aus der Graphitebene wird die stabilisierende  $\pi$ -Bindung aufgegeben [Miyahara 1988]. Dies hat die Änderung des Bindungscharakters von einigen oder mehreren benachbarten Kohlenstoffatomen von  $sp^2$  zu  $sp^3$  zur Folge. Die Änderung des Bindungscharakters von Kohlenstoff bei der Implantation von Ionen in Graphit wurde von verschiedenen Autoren beobachtet [Dischler 1983, Ashida 1986, Kazumata 1986]. Da die Bindungslänge von  $sp^2$ -gebundenen Kohlenstoffatomen  $1.4 \text{ \AA}$  beträgt, während sie für  $sp^3$ -gebundenen Kohlenstoff  $1.53 \text{ \AA}$  ist, verursacht dies eine lokale Umordnung. Da jedes Kohlenstoffatom von drei Sechseringen geteilt wird, werden beim Herausschlagen eines Atoms drei  $\pi$ -Bindungen aufgegeben. Damit ändert sich der Bindungscharakter und die Bindungslänge von insgesamt 15 Atomen. Im RBS-c können diese nur wenig von ihren Gitterplätzen verschobenen Atome einen deutlichen Beitrag zur Rückstreuung liefern. Dies



**Abb. 5.4** Energieabhängigkeit von heliuminduzierten Defekten in Graphit berechnet mit der Annahme, daß  $\chi_{vir}=0.05$  für alle Energien.

hängt vom Abstand der Zwischengitteratome zur Atomkette ab, wie Abb. 5.3 zeigt. Die Flußdichte der analysierenden Ionen entlang der Gitterführungsrichtung hängt vom Einfallswinkel ab. Sie ist nur bei senkrechtem Einfall im Kanalzentrum konzentriert, während bei leichter Fehlorientierung die Flußdichte nahe den Atomketten ansteigt. Da HOPG eine Mosaikbreite von etwa  $0.4^\circ$  hat, ist der Einfallswinkel nur in wenigen Kristalliten  $\psi=0$ . Die Flußdichte in der Nähe der Atomketten (Abb. 5.3) ist für  $\psi \neq 0$  größer als für  $\psi=0$ . Dadurch kann ein wichtiger Beitrag zur Rückstreausbeute durch gerinfülig verlagerte Gitteratome entstehen.

Aus dieser Diskussion kann geschlossen werden, daß sowohl die Spaltung und Kippung von Kristalliten als auch die lokale Umordnung von Atomen in Graphit für die beobachtete außergewöhnliche Rückstreuung verantwortlich sind. Beide Effekte sind eine Besonderheit der Mosaik- und Gitterstruktur von Graphit. Wahrscheinlich liefern beide Mechanismen einen Teilbetrag zur gesamten Rückstreausbeute. Jedenfalls wird beobachtet, daß RBS-c die Schädigung in HOPG um einen Faktor 15 überschätzt. Dies zeigt andererseits, daß die RBS-c Methode sehr empfindlich auf Strukturänderungen in HOPG reagiert.

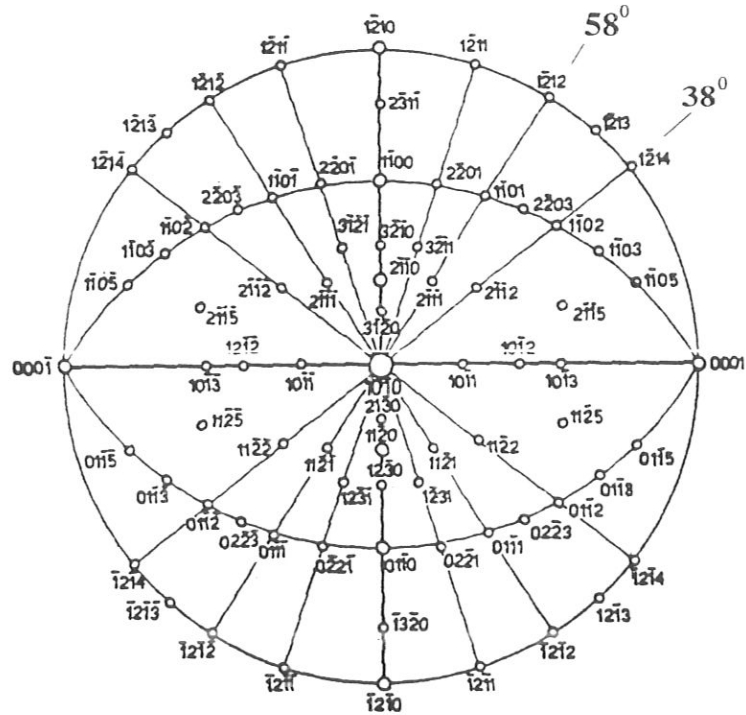


Abb. 5.5 Stereographische Projektion für die  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  Richtung in Graphit [Mayer 1977].

### 5.1.1.4 Struktur der Defekte

#### Graphit

Die Dechannelinganalyse der Defekte, die durch die Implantation von  $1\text{-}2 \cdot 10^{15}$  He/cm<sup>2</sup> in HOPG bei 300 K erzeugt werden, ergibt eine Energieabhängigkeit von  $E^{-1.4 \pm 0.4}$ , wobei E die Analyseenergie ist. Der Exponent der Abhängigkeit fällt außerhalb des Bereiches für bekannte Defektstrukturen (siehe Tab. 3.1). Bei der Interpretation dieser Energieabhängigkeit muß bedacht werden, daß HOPG anders als SiC oder Diamant ein polykristallines Material ist. Wegen seiner Mosaikstruktur hängt die Minimalausbeute  $\chi_{\text{vir}}$  stark von der Energie ab (siehe Abb. 3.8) [Elman 1984a]. Die Minimalausbeute des idealen Graphits ist  $\chi_{\text{vir}} = 0.05$  [Elman 1984a]. Für verschiedene Einkristalle, darunter auch SiC und Diamant, ist die Minimalausbeute praktisch unempfindlich auf die Analyseenergie [Della Mea 1975, Derry 1980, Feldman 1982]. Wird also für HOPG angenommen, daß  $\chi_{\text{vir}} = 0.05$  und unabhängig von der Energie ist, so wird für  $\sigma_d \cdot N_d$  eine Energieabhängigkeit von  $E^{-0.15}$  erhalten (Abb. 5.4). Diese Energieabhängigkeit liegt im Bereich bekannter Defektstrukturen und würde der von Stapelfehlern oder Blasen in einem hochgeordneten System entsprechen.

Bei der Dechannelinganalyse kann im allgemeinen keine Struktur eindeutig zugeordnet werden, da verschiedene Defektstrukturen dieselbe Energieabhängigkeit besitzen. Für Punktdefekte findet man Exponenten in einem breiten Wertebereich [Gärtner 1984b]. Darüber hinaus lassen sich bestimmte Strukturen wie z.B. Blasen und Stapelfehler durch Dechannelinganalyse nicht nachweisen.

Die TEM-Charakterisierung von heliumimplantiertem HOPG ergibt in dem untersuchten Fluenzbereich die Bildung von Zwillingsnetzwerken (Abb. 2.6) [Niwase 1988]. Die Energieabhängigkeit bei der Dechannelinganalyse die durch diese Defekte verursacht wird ist nicht

bekannt. Hingegen wurden für Kristallzwillinge in Silizium zwei Energieabhängigkeiten in Abhängigkeit von der Orientierung der Zwillinge zum Substrat festgestellt [Foti 1977, Foti 1978]. Gut ausgerichtete Kristallzwillinge haben eine schwache negative Energieabhängigkeit, während schlecht ausgerichtete Kristallzwillinge mit etwa 1-2° Abweichung von der Kristallorientierung eine starke positive Energieabhängigkeit besitzen.

Die Zwillinge, die durch mechanische Deformation in Graphit erzeugt werden, entsprechen einer Rotation des Kristallits von 20° um die  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  Achse (siehe Abb. 2.3) [Kelly 1981]. Bei ionenimplantiertem Graphit werden Zwillinge gefunden, die Rotationen von 20°, 40° und >60° um die  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  und von 35° um die  $\langle \bar{1}210 \rangle$  Achse entsprechen [Masey 1966, Niwase 1992b, Niwase 1993b]. Gut ausgerichtete Zwillinge würden sich nur für Rotationen um 38° und 58° um die  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  Richtung ergeben, für welche die  $\langle \bar{1}214 \rangle$  bzw. die  $\langle \bar{1}212 \rangle$  mit der  $\langle 0001 \rangle$  Achse übereinstimmen, wie aus der stereographischen Projektion (Abb. 5.5) zu entnehmen ist. Da diese Rotationswinkel nicht gefunden werden, ist eine starke positive Energieabhängigkeit für implantiertes HOPG zu erwarten. Im Gegensatz zu dieser Überlegungen zeigen unsere Experimente keine positive Energieabhängigkeit bei der Dechannelinganalyse. Eine direkte Bestimmung der Orientierung und Konzentration von Zwillingen ist aus diesen Experimenten nicht möglich. Die gefundene schwache negative Energieabhängigkeit läßt jedoch auf eine sehr geringe Zwillingskonzentration schließen.

Aus den Untersuchungen läßt sich die Tiefenverteilung der Defektkonzentration ermitteln. Nicht zugänglich wären jedoch Schichtstrukturen mit unterschiedlichen Defektypen in den einzelnen Lagen. Solche Strukturen wurden in ionenimplantiertem Silizium beobachtet [z.B. Sidorov 1992]. Die Anwesenheit einer solcher Struktur in Graphit ist nicht bekannt. Bei unseren Untersuchungen an Silizium (Kap 3.1.3.1) konnten wir feststellen, daß im Falle einer Mischung von ausgedehnten Defekten und Punktdefekten die Energieabhängigkeit zu  $E^0$  tendiert. Deshalb ist die Energieabhängigkeit aus der Dechannelinganalyse für diese Mischungen sehr empfindlich für die Zusammensetzung der Defektmischung. Überträgt man diese Abhängigkeit auf das Graphitsystem, läßt die Energieabhängigkeit von  $E^{-0.15}$  auf eine gemischte Defektstruktur mit einer großen Anzahl von Punktdefekten und kleinen Clustern schließen.

## Diamant

Für die Implantation von  $5 \cdot 10^{15}$  D/cm<sup>2</sup> in Diamant bei 300 K ergibt die Dechannelinganalyse eine Energieabhängigkeit von  $E^{-0.8 \pm 0.4}$ . Sie stimmt gut mit der von Zwischengitteratomen überein ( $E^{-0.65}$ - $E^{-0.95}$ ) [Gärtner 1984b]. Bei der Implantation kleiner Fluenzen in Diamant bei 300 K wird außer der Bildung von Punktdefekten [Braunstein 1980, Teicher 1982] die Bildung von kleinen Clustern, Diamantblöcken und Zwillingen beobachtet [Vavilov 1979, Miyamoto 1989]. Die Energieabhängigkeit der Dechannelinganalyse für Diamantblöcke und Zwillinge in Diamant ist nicht bekannt. Andererseits läßt sich aus der Form des Rückstreupeaks (Abb. 4.18) eine hohe Konzentration ausgedehnter Defekte ausschließen. Die Löslichkeit von Deuterium in Diamant ist nicht bekannt. Obwohl die Löslichkeit von Deuterium in Graphit sehr klein [Wilson 1984] ist, werden keine Blasen in deuteriumimplantiertem Graphit beobachtet [Niwase 1988]. Wird für Diamant eine kleine Löslichkeit sowie eine Ähnlichkeit der Schädigung zu der in Graphit angenommen, so werden keine Blasen erwartet. Diese Überlegungen ergeben das Bild, daß bei der Implantation von Deuterium in Diamant hauptsächlich Punktdefekte und kleine Defektcluster gebildet werden.

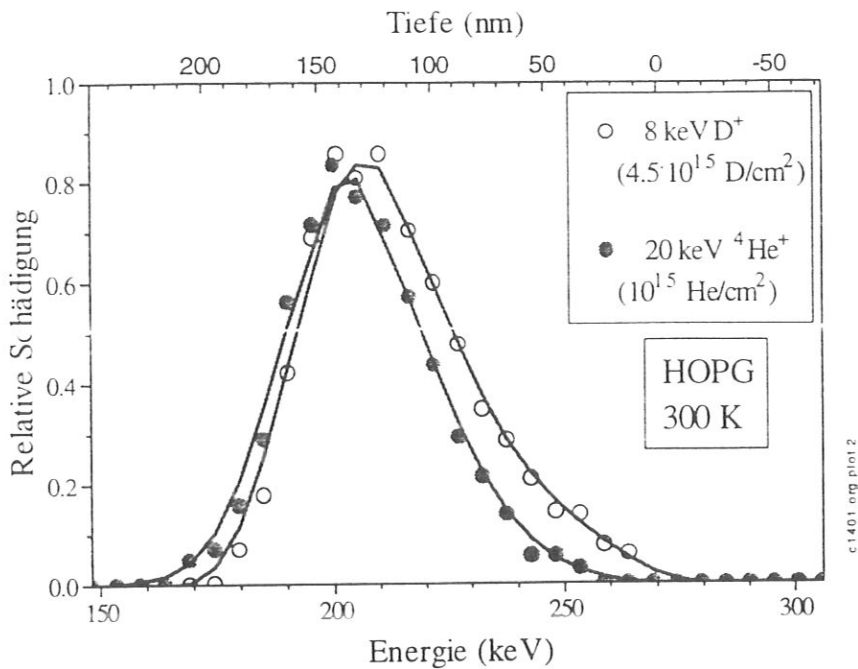


Abb. 5.6 Vergleich der Schädigung von 8 keV D und 20 keV  $^4\text{He}$  in HOPG bei 300 K verglichen.

### Siliziumkarbid

Die Defekte, die durch die Implantation von 20 keV Helium mit  $2-4 \cdot 10^{16}$   $\text{He}/\text{cm}^2$  in Siliziumkarbid bei 300 K erzeugt werden, zeigen eine Energieabhängigkeit von  $E^{-0.3}$  in der Dechannelinganalyse. Diese Energieabhängigkeit gehört zu keinem der in Tabelle 3.1 aufgelisteten Defekte. Sie wurde jedoch für sogenannte Platelets in Diamant beobachtet [Fearick 1980a]. In SiC gibt es keine Hinweise auf die Bildung von Platelets [Hojou 1985, Hojou 1988a]. Bei der Implantation von Helium in  $\alpha$ -SiC werden vorwiegend kleine Cluster und Blasen gebildet. Sollten diese Ergebnisse auf  $\beta$ -SiC übertragbar sein, so wäre eine Energieabhängigkeit  $E^{-0.65}$ - $E^{-0.95}$  zu erwarten, da Blasen keine Auswirkung auf die Dechannelinganalyse haben. Die Form des Rückstreupeaks (Abb. 4.29) gibt keine Hinweise auf eine hohe Konzentration ausgedehnter Defekte, läßt sie aber auch nicht ausschließen. Wie schon oben diskutiert wird, ergeben Gemische aus Punktdefekten und ausgedehnten Defekten Energieabhängigkeiten, die zu  $E^0$  tendieren. Daraus ist zu schließen, daß in diesem Fall ein Gemisch von Defekten gebildet wird, das vorwiegend aus Punktdefekten, kleinen Defektclustern sowie einer kleinen Konzentration von ausgedehnten Defekten besteht.

Die Defekte, die durch die Implantation von Deuterium bei 295 K und 773 K entstehen, zeigen eine Energieabhängigkeit zwischen  $E^{-0.5}$  und  $E^{-1}$  [Siegele 1991]. Es gibt in SiC bis zu mittleren Fluenzen von  $\sim 10^{17}$   $\text{D}/\text{cm}^2$  keine Hinweise auf die Bildung von Gasblasen bei Deuteriumimplantation. Dies ist ein weiterer Hinweis dafür, daß die Blasen und kleinen Konzentrationen ausgedehnter Defekte, die bei der Implantation von Helium vorhanden sind, die Energieabhängigkeit zu  $E^0$  tendieren lassen.

Bei all diesen Materialien ergibt die Dechannelinganalyse, daß bei der Implantation von Helium und Deuterium bei 300 K vorwiegend Punktdefekte und kleine Defektcluster gebildet werden. Bei der Implantation von Helium wird zusätzlich eine kleine Menge von Blasen und ausgedehnten Defekten gebildet.

Material	Ion	RBS-c	TRIM.SP
		$A_d^{RBS-c}$	$A_d^{TRIM.SP}$
HOPG	20 keV $^4\text{He}$	1160	77
	8 keV D	256 (*)	21
	Verhältnis D/He	4.5	3.6
Diamant	20 keV $^3\text{He}$	113	42
	8 keV D	51	14
	Verhältnis He/D	2.2	3
SiC	20 keV $^3\text{He}$	80	60
	12 keV D	19 (*)	24
	Verhältnis D/He	4.2	2.5

**Tab. 5.5** Vergleich zwischen RBS-c und TRIM.SP Ergebnissen für den Beschuß von He und D in HOPG,  $\beta$ -SiC und Diamant. Alle Messungen bei 300 K. (\*) [Siegele 1991]. Die Rechnungen wurden mit  $E_d=25$  eV für Graphit,  $E_d=25$  eV für SiC und  $E_d=35$  eV für Diamant durchgeführt.

### 5.1.1.5 Vergleich zwischen Helium und Deuterium

Helium und Deuterium unterscheiden sich in Masse, Ladungszahl und chemischer Aktivität. In Materialien wie Si und SiC wird die Schädigung, ihre Tiefenverteilung und die mittlere Anzahl verlagelter Atome pro Ion durch TRIM.SP-Rechnungen gut beschrieben, wie in Kapitel 5.1.1 bereits diskutiert wird. Die TRIM.SP-Rechnungen basieren auf der Kinematik und Abbremsung von Ionen in der Materie und berücksichtigen weder chemische Effekte noch die Struktur der Probe. In Graphit kann TRIM.SP nur eine qualitative Beschreibung der Schädigung liefern, da die besonderen Effekte, die durch die Mosaik- und Gitterstruktur von Graphit hervorgerufen werden, nicht berücksichtigt werden können.

Um die Schädigung, die durch die Implantation von Helium und Deuterium in HOPG erzeugt wird, vergleichen zu können, wurde für Helium die Implantationsenergie von 20 keV gewählt. Dadurch ist die geschädigte Tiefe etwa gleich groß wie bei der Implantation von Deuterium bei 8 keV, die in der Arbeit von Siegele verwendet wurde [Siegele 1991, Siegele 1993]. Damit wurde erreicht, daß die Tiefen der Maxima der Schädigungsverteilungen gut übereinstimmen, wie Abb. 5.6 zeigt.

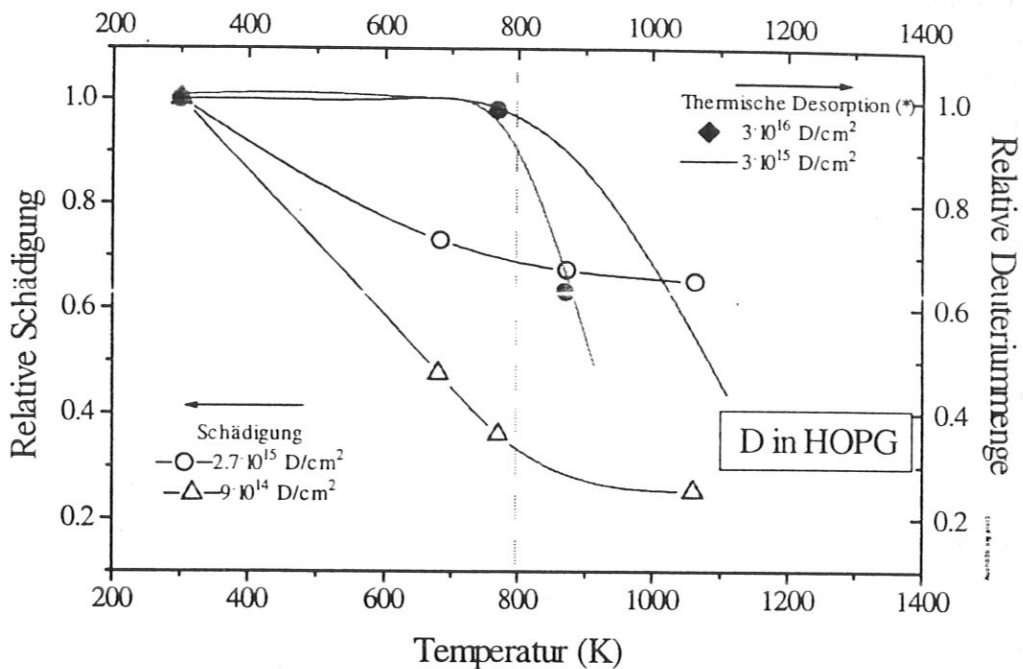
In Tab. 5.5 sind die mit RBS-c gemessenen Werte der mittleren Anzahl verlagelter Atome  $A_d^{RBS-c}$  und die mit TRIM.SP berechneten Anzahlen verlagelter Atome pro Ion  $A_d^{TRIM.SP}$  für Deuterium- und Heliumimplantation zusammengestellt. In HOPG sind die Werte von  $A_d^{RBS-c}$  und  $A_d^{TRIM.SP}$  für Helium etwa viermal größer als die entsprechenden Werte für Deuterium.

## 5.1 DISKUSSION: STRAHLENSCHÄDEN

In Diamant liegt das Verhältnis der Helium- zu den Deuteriumergebnissen zwischen 2.2 und 3. Bei SiC wird für die gemessenen Werte ein Verhältnis zwischen Helium- und Deuteriumergebnissen von etwa vier festgestellt. Bei den gerechneten Werten ist das Verhältnis in diesem Fall kleiner. In SiC wird die Schädigung aus der RBS-c-Rückstreuung an den Siliziumatomen bestimmt. Es wird angenommen, daß genauso viele Kohlenstoffatome wie Siliziumatome verlagert werden. Bei der Implantation von Deuterium wurde dies in etwa durch die Rückstreuung von Helium bei 3.4 MeV bestätigt [Siegele 1991]. Für die Implantation von Helium wurde diese Annahme nicht untersucht und könnte teilweise für die kleinen Unterschiede verantwortlich sein, die zwischen gerechneten und gemessenen Werten der Verhältnisse zwischen Deuterium- und Heliumergebnissen beobachtet werden. Bei der Implantation von Helium und Deuterium entstehen zum Teil verschiedene Defekte, da bei der Implantation von Helium zusätzlich zu den Punktdefekten und kleinen Clustern, die auch bei der Implantation von Deuterium gebildet werden, kleine Konzentrationen von Blasen und ausgedehnten Defekten vorhanden sind. Trotzdem wird die Tiefenverteilung der Schädigung für die Implantation beider Ionensorten mit TRIM.SP-Rechnungen gut beschrieben. Auch quantitativ werden die von TRIM.SP vorausgesagten Anzahlen verlagerter Atome experimentell innerhalb der experimentellen Unsicherheiten gefunden. Bei der Implantation von Deuterium bei 773 K [Siegele 1991] wird beobachtet, daß Deuterium, das sich an Defekte chemisch bindet, diese Defekte nicht ausheilen läßt. Sie dienen dann als Keim für ausgedehnte Defekte. Bei 300 K ist dieser Effekt sehr klein, da jedes Deuteriumion nur einen der etwa 25 erzeugten Defekte stabilisieren kann. Hieraus kann geschlossen werden, daß die chemische Wechselwirkung des Deuteriums mit SiC bei 300 K wenig Auswirkung auf die Tiefenverteilung der Schädigung und der Anzahl gebildeter Defekte hat. Die chemische Bindung von Deuterium an Defekte wirkt sich im Gegensatz zu Helium in der Bildung verschiedener Defektstrukturen aus, da die Bindung des Deuteriums keine Blasenbildung zulässt.

In HOPG stimmt das Verhältnis der gemessenen Deuterium- zu Heliumergebnisse mit dem Verhältnis der gerechneten Werte gut überein, obwohl TRIM.SP in diesem Fall nur eine qualitative Beschreibung der Schädigung liefern kann. In Graphit bilden Deuterium und Helium auch zum Teil verschiedene Defekte, da Helium, wie in den anderen untersuchten Materialien, die Tendenz zur Blasenbildung hat. Wegen der Mosaikstruktur und der besonderen Gitterstruktur von Graphit werden sehr große Schädigungswerte aus den RBS-c-Messungen berechnet. Sie machen es unmöglich zu bestimmen, wieviele freie Bindungsplätze tatsächlich gebildet werden. Sowohl für die Deuteriumimplantation bei 300 K als auch für die Heliumimplantation weist RBS-c etwa 15 mal mehr Defekte auf, als mit TRIM.SP berechnet wird. Andererseits gibt die gute Übereinstimmung zwischen den TRIM.SP-Rechnungen und den RBS-c-Messungen in Si und SiC Vertrauen auf die Ergebnisse der Rechnungen. So kann angenommen werden, daß RBS-c die Zahl der verlagerten Atome in HOPG um einen Faktor 15 überschätzt. Das heißt, daß bei der Implantation von Deuterium tatsächlich 21 Defekte pro Ion erzeugt werden, von denen nur einer stabilisiert werden kann. Daraus ist zu schließen, daß bei 300 K auch in HOPG die chemische Wechselwirkung wenig Einfluß auf die Tiefenverteilung der Schädigung oder deren Anzahl hat.

Bei 773K werden in HOPG durch Deuteriumimplantation zwischen 4 und 14 Atome pro Ion verlagert [Siegele 1991]. Dabei wird angenommen, daß es sich dabei um Punktdefekte handelt. Wenn auch hier RBS-c die Schädigung um einen Faktor 15 überschätzt, so erhält man als Anzahl verlagerter Atome pro Ion  $A_d^{RBS-c} = 0.4-1$ . Dies würde darauf hinweisen, daß auch bei hoher Temperatur Deuterium in HOPG die Defekte stabilisiert. So könnte in Anbetracht der Überschätzung, die RBS-c bei der Bestimmung der Schädigung in HOPG macht, geschlossen werden, daß Deuterium in Graphit wie in SiC die Defekte stabilisiert.



**Abb. 5.7** Verlauf der Schädigung und der Deuteriummenge in HOPG in Abhängigkeit der Temperatur. (\*) Daten der thermischen Desorption aus Referenz [Siegele 1991].

Bei hoher Temperatur (>700 K) werden in HOPG bei der Implantation von Helium und Deuterium der Einfluß der chemischen Bindung deutlich. Während sich Helium zu Blasen zusammenlagert und sowohl Blistern wie Ablättern verursacht, werden bei der Implantation von Deuterium weder Blasen noch Ablättern beobachtet. Die Blister die bei der Implantation von Helium beobachtet werden erzeugen eine außerordentlich große Rückstreuung, die noch größer als die durch Kristallitspaltung ist. Dies macht Aussagen über die tatsächliche Anzahl von gebildeten Defekten unmöglich.

In Diamant kann beobachtet werden, daß die Verhältnisse zwischen Deuterium- und Heliumergebnissen für die gemessenen Schädigungen gut mit den Verhältnissen der gerechneten Werte übereinstimmen. Da in diesem Fall die gemessenen und gerechneten Tiefenverteilungen der Schädigung nicht übereinstimmen, kann ein ausführlicher Vergleich zwischen den gemessenen und gerechneten Verhältnissen für Deuterium und Helium nicht gemacht werden. In erster Näherung kann jedoch aus der Übereinstimmung zwischen den gerechneten und gemessenen Verhältnissen geschlossen werden, daß die chemische Wechselwirkung keine große Rolle bei der Strahlenschädenerzeugung in Diamant spielt.

## 5.1.2 Ausheilen

### Graphit

Aus dem Ausheilverhalten von Defekten können Hinweise auf die Defektstruktur und die Schädigung gewonnen werden. In HOPG konnte das Ausheilverfahren mit RBS-c nur für die Implantation von Deuterium untersucht werden, da für die Implantation von Helium wegen der Blisterbildung die Entwicklung der Schädigung nicht verfolgt werden konnte.



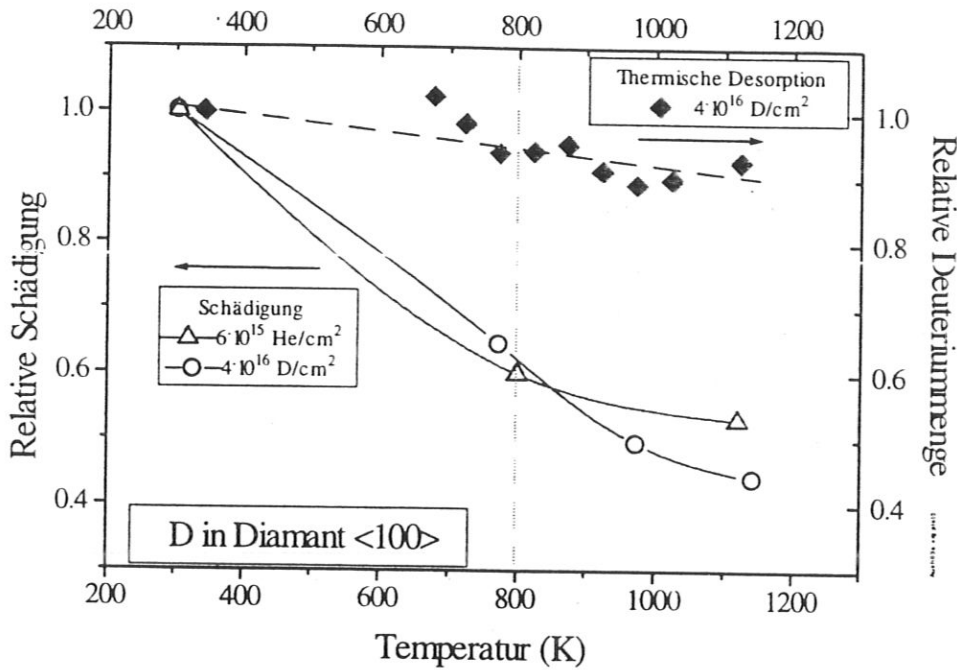
## 5.1 DISKUSSION: STRAHLENSCHÄDEN

Bei der Implantation von kleinen Fluenzen ( $9 \cdot 10^{14} \text{ D/cm}^2$ ) heilen bei Aufheizen auf 1000 K etwa 60% der ursprünglichen Schäden aus (Abb. 5.7). Dabei heilt der größte Teil schon zwischen 300 und 600 K aus. Für höhere Fluenzen, bei denen jedoch die Randomhöhe über die gesamte implantierte Tiefe noch nicht vollständig erreicht ist ( $\Phi < \Phi_E^{\text{RBS-c}}$ ), wird ebenfalls Ausheilen beobachtet. Dieses ist jedoch nicht so ausgeprägt wie bei kleinen Fluenzen. Bei der Implantation von Deuterium mit Fluenzen  $\Phi \leq \Phi^{\text{TEM}}$  wird mittels Ramanspektroskopie eine Abnahme des defektinduzierten Ramansignals im Temperaturbereich 300-600 K beobachtet [Niwase 1992a, Niwase 1992b]. Diese Abnahme, die nicht mit der Zunahme der Kristallitgröße verwechselt werden darf, läßt sich auf die Zunahme der phononischen Korrelationslänge durch Rekombination von Defekten zurückführen. Die Rekombination von Defekten wird in diesem Temperaturbereich durch die große Beweglichkeit von Zwischengitteratomen gefördert ( $E_1^m < 0.1 \text{ eV}$ ) [Thrower 1978]. Bei den Untersuchungen mit Ramanspektroskopie von Proben, die mit  $5 \cdot 10^{15} \text{ D/cm}^2$  implantiert wurden, bleiben bei 900 K etwa 20% des defektinduzierten Ramansignals übrig.

Die thermische Erholung von ionenimplantiertem Graphit erfolgt nach Auffassung von Venkatesan und Elman [Elman 1984a, Venkatesan 1984a] zwischen 1770 K - 2570 K durch zweidimensionale Ordnung der Kohlenstoffatome. Die dreidimensionale Ordnung findet erst bei höheren Temperaturen statt. Ausheilen bei niedrigen Temperaturen ( $\sim 570 \text{ K}$ ) wird für die Implantation kleiner Fluenzen von C, As und Wasserstoff beobachtet [Venkatesan 1984a, Roth 1988]. Dieses Ausheilen wird auf die Rekombination von Zwischengitteratomen und kleinen Clustern zurückgeführt.

In SiC wird eine stabilisierende Wirkung von Deuterium auf ioneninduzierte Defekte beobachtet [Siegele 1991]. Bei 300 K, wo mehr Defekte erzeugt werden als Deuterium eingefangen wird, wird auch thermisches Ausheilen unterhalb von 1000 K beobachtet. Im Gegensatz dazu wird bei der Implantation von Deuterium bei 773 K, wobei gleich viele Defekte erzeugt werden wie Deuterium eingefangen wird, bis zu 1073 K kein Ausheilen beobachtet, obwohl es sich hier um eine Fluenz  $\Phi < \Phi_A^{\text{RBS-c}}$  handelt. In HOPG kann unter Berücksichtigung, daß RBS-c die Schädigung um einen Faktor 15 überschätzt, auf eine stabilisierende Wirkung von Deuterium auf Defekte geschlossen werden. Die thermische Desorption von Deuterium aus HOPG setzt erst bei etwa 800 K ein [Siegele 1993, Doyle 1981, Alimov 1992]. TRIM.SP berechnet 20 verlagerte Kohlenstoffatome pro einfallendes Ion. Hiervon kann nur ein Defekt durch Deuterium besetzt werden. Von den übrigen heilen etwa 12 bis zu 800 K aus, ohne daß dabei Deuterium merklich desorbiert. Zwischen 800 K und 1000 K heilen nur sehr wenige weitere Defekte aus, während 40 - 50 % des Deuteriums desorbiert.

Wie in Kapitel 5.1.1.4 diskutiert wurde, werden bei der Implantation von Deuterium in HOPG hauptsächlich Punktdefekte und kleine Defektcluster gebildet. Gleichzeitig findet in geringerem Maße die Spaltung von Kristalliten und die lokale Umordnung von Kohlenstoffatomen um Defekte statt. Das beobachtete Ausheilen zwischen 300 K - 600 K kann auf die Rekombination von Punktdefekten zurückgeführt werden, die schon bei niedrigen Temperaturen beweglich werden [Kelly 1981]. So sind etwa 60 % der gebildeten Defekte Punktdefekte. Da während dieses Prozesses Deuterium nicht desorbiert (Abb. 5.7), sind diese Punktdefekte nicht an Deuterium gebunden. Während oberhalb von 800 K der Deuteriumgehalt der Probe schnell sinkt, nimmt die Schädigung nur langsam ab. Dies deutet darauf hin, daß die thermische Stabilität dieser Defekte nicht von der Bindung an Deuterium abhängt. Dabei handelt es sich wahrscheinlich um größere Defektcluster, die zur Rekombination höhere Temperaturen erfordern, da sie erst dann beweglich werden [Iwata 1976, Kelly 1981, Simmons 1965]. Aus den RBS-c Beobachtungen können keine Aussagen über die Entwicklung der Kristallitspaltung während des Ausheilens von Defekten gewonnen werden.



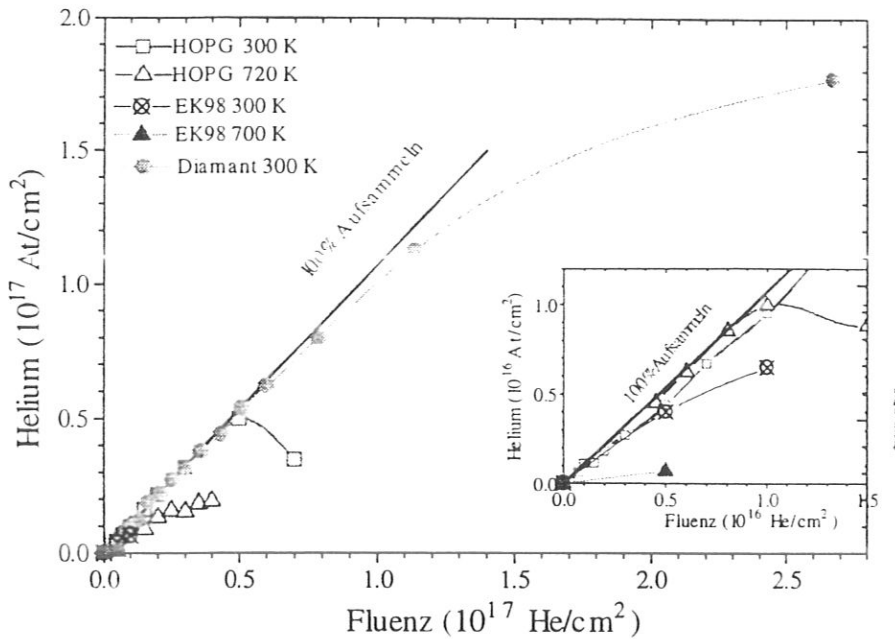
**Abb. 5.8** Verlauf der Schädigung und der Deuteriummenge in Diamant in Abhängigkeit der Temperatur.

Hieraus ergibt sich folgendes Bild: Bei Beschuß von Graphit mit Deuterium werden Punktdefekte und kleine Defektcluster gebildet. Außerdem findet Kristallitspaltung und lokale Umordnung statt. Während der Implantation hat sich Deuterium an einige der Defekte chemisch gebunden und als Keim für die Entstehung von Clustern verschiedener Größe gedient. Beim Aufheizen heilen zuerst die Punktdefekte aus und es bleiben vorwiegend Defektcluster übrig. Diese Defektcluster heilen nicht aus, obwohl das an ihnen gebundene Deuterium desorbiert.

Das Ausheilen von heliuminduzierten Defekten in HOPG konnte in dieser Arbeit wegen der Bildung von Blisern und Abblättern nicht untersucht werden. Obwohl dies nicht möglich war, gibt es Hinweise, daß das Ausheilen schon bei Temperaturen um 720 K stattfindet. Bei der Implantation von Helium bei dieser Temperatur ist die Strahlenschädenproduktion pro Ion nur halb so groß wie bei 300 K. Mit Ramanspektroskopie wurde das Ausheilen des defektinduzierten Ramansignals auch für die Implantation von Helium beobachtet [Niwase 1993a].

### Diamant

In Diamant wird sowohl für die Implantation von Deuterium als auch von Helium thermisches Ausheilen von Strahlenschäden beobachtet. Für die in diesen Versuchen verwendeten kleinsten Fluenzen ( $4 \cdot 10^{16} \text{D/cm}^2$  bzw.  $6 \cdot 10^{15} \text{He/cm}^2$ ) wird bis 800 K etwa 40% der Schädigung ausgeheilt (Abb. 5.8). Bei 1140 K heilen weitere 15% der ursprünglichen Schädigung aus. Dieses Ausheilen ähnelt dem in HOPG für niedrige Deuteriumfluenzen ( $\leq 3 \cdot 10^{15} \text{D/cm}^2$ ). Das Ausheilen von deuterium- und heliuminduzierten Defekten verläuft unterschiedlich zu dem von



**Abb. 5.9** · Heliumeinfang in Abhängigkeit der Fluenz für die Implantation mit 20 keV in HOPG, EK98 und Diamant.

kohlenstoffinduzierten Defekten, bei denen das stärkste Ausheilen zwischen 750 K - 1000 K erfolgt [Liu 1990].

Bei der Implantation von Helium und Deuterium werden hauptsächlich Punktdefekte und kleine Defektcluster gebildet. Bei Helium bilden sich zusätzlich Blasen. In Diamant sind Zwischengitteratome im Temperaturbereich 350 K - 800 K beweglich [Dresselhaus 1992], während die Leerstellen erst oberhalb von 800 K beweglich werden. Deswegen ist das Ausheilen unterhalb von 800 K auf die Rekombination von Punktdefekten zurückzuführen.

Das Ausheilen zwischen 800 K und 1140 K ist auf die Auflösung von Clustern zurückzuführen. Obwohl Helium in Diamant Blasen bildet, wird im Ausheilverhalten bei den verwendeten Fluenzen kein großer Unterschied zwischen Helium und Deuterium festgestellt. Bei den Experimenten zur thermischen Desorption von Deuterium aus Diamant wurde festgestellt, daß für Fluenzen, bei denen die Randomhöhe noch nicht über die gesamte implantierte Tiefe erreicht wird ( $\Phi < \Phi_E^{RBS-c}$ ), bis zu 1140 K nur wenig Deuterium desorbiert. Im Gegensatz zu HOPG erfolgt das Ausheilen von Diamant ohne Desorption von Deuterium. Zur Desorption von Helium aus Diamant liegen im verwendeten Fluenz- und Temperaturbereich keine Messungen vor. In Analogie zu SiC, welches dieselbe Gitterstruktur wie Diamant besitzt und aus dem Helium für kleine Fluenzen ( $< 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup>) bis zu 1000 K nicht desorbiert, kann angenommen werden, daß bis zur höchsten benutzten Ausheiltemperatur nur wenig Helium aus Diamant desorbiert. Das bedeutet, daß das thermische Ausheilen von Diamant bis 1000 K in Anwesenheit von Fremdatomen erfolgt, die bei den Ausheilprozessen keine große Rolle spielen.

## 5.2. Einfang und Desorption

### 5.2.1 Heliumefang

#### Graphit

Der Heliumefang wird in unseren Experimenten nur für die Implantation in HOPG senkrecht zu den Graphitebenen untersucht. Dabei wird Helium sowohl für die Implantation bei 300 K wie auch für Implantation bei 720 K unter Vernachlässigung des reflektierten Anteils zunächst vollkommen aufgesammelt (Abb. 5.9). Das vollkommene Aufsammeln wird bis zum Auftreten des ersten Abblättern fortgesetzt. Beim Abblättern wird ein Teil des aufgesammelten Heliums freigesetzt. Bei weiterer Implantation wird Helium wiederum aufgesammelt, aber mit einer kleineren Effizienz. Die Fluenz, bei der das erste Abblättern beobachtet wird  $\Phi_{\text{Abbl}}$ , ist bei 720 K kleiner als bei 300 K. Das Aufsammeln von Helium bei Substrattemperaturen von 300 K ist unabhängig von der Schädigungsstufe des Materials, da die Fluenz bei der die Randomhöhe in der gesamten implantierten Tiefe erreicht wird  $\Phi_{\text{E}}^{\text{RBS-c}}$  kleiner ist als  $\Phi_{\text{Abbl}}$ . Außerdem ist die Fluenz  $\Phi_{\text{Abbl}}$  größer als die Fluenz  $\Phi^{\text{TEM}}$ , bei der die Amorphisierung im TEM beobachtet wird. Daraus läßt sich schließen, daß für Implantation bei 300 K senkrecht zu den Graphitebenen die Schädigung und die Amorphisierung wenig Einfluß auf die Aufsammelwahrscheinlichkeit haben.

Frühere Untersuchungen des Heliumefangs in Graphit wurden an anderen Graphitmodifikationen, in anderen Temperatur- und Fluenzbereichen und für andere Orientierung durchgeführt. Bei der Implantation großer Fluenzen von Helium ( $\Phi > \sim 10^{17} \text{ He/cm}^2$ ) bei 300 K werden sehr unterschiedliche Aufsammelwahrscheinlichkeiten gemessen (3-60%) [Langley 1978, Möller 1982, Saidoh 1981]. Untersuchungen mit kleinen Fluenzen bei 300 K wurden nur für die Implantation entlang der Graphitebenen in HPG durchgeführt [Möller 1982]. Dabei wurde eine Aufsammelwahrscheinlichkeit von 40-60% festgestellt. Für diesen Fall wird beobachtet, daß die Schädigung einen starken Einfluß auf die Reemission und somit auf das Aufsammeln hat. Bei sehr kleinen Fluenzen ( $\Phi \sim 10^{16} \text{ He/cm}^2$ ) wird zunächst viel Helium reemittiert. Mit ansteigender Fluenz ( $10^{16} \text{ He/cm}^2 < \Phi < 6 \cdot 10^{16} \text{ He/cm}^2$ ) geht die Reemission wegen der Bildung von strahleninduzierten Fallen zunächst zurück und erhöht sich erst wieder für sehr hohe Fluenzen ( $\Phi > 3 \cdot 10^{17} \text{ He/cm}^2$ ).

Über die Reemission und das Aufsammeln von Helium bei hohen Temperaturen gibt es nur wenige Messungen. Bei Temperaturen um 1000 K wird für hochenergetische Ionen (5-28 MeV) ein großer Unterschied der Reemission in verschiedenen Probeorientierungen beobachtet [Jung 1992]: Für den Beschuß parallel zu den Graphitebenen beträgt die Reemission 100%, während sie senkrecht zu den Ebenen nur 0.4% beträgt. Daraus wird geschlossen, daß die Beweglichkeit von Helium entlang den Ebenen wesentlich größer ist als senkrecht dazu. Unsere Ergebnisse zusammen mit denen von Möller et. al. zeigen, daß das Aufsammeln von Helium in Graphit bei 300 K richtungsabhängig ist. Diese Abhängigkeit der Transporteigenschaften von Helium von der Kristallrichtung des Graphit kann durch die Größenunterschiede der Gitterparameter hervorgerufen werden. Der Durchmesser von Helium (2.8 Å) ist nämlich kleiner als der Lagenabstand in Graphit (3.354 Å), aber größer als die Öffnung des hexagonalen Netzes (2.46 Å) [Miyahara 1988].

Die Oberflächenbeschaffenheit hat einen starken Einfluß auf die Aufsammelwahrscheinlichkeit von Helium in Graphit. Bei Reemissionsuntersuchungen mit 200 keV Helium an orientierten

## 5.2 DISKUSSION: EINFANG UND DESORPTION

Graphiten stellt Saidoh fest [Saidoh 1981], daß gut polierte Oberflächen Helium qualitativ besser auf sammeln als nicht polierte Oberflächen. In dieser Arbeit wurde die Aufsammlerwahrscheinlichkeit nicht bestimmt. Diese Abhängigkeit der Aufsammlerwahrscheinlichkeit von der Oberflächenbeschaffenheit stimmt gut mit dem beobachteten Aufsammlerverhalten von Helium in HOPG überein. Vor dem ersten Abblättern ist die HOPG Oberfläche sehr glatt und eine Aufsammlerwahrscheinlichkeit von 100% wird gemessen. Nach dem Abblättern wird eine rauhe und poröse Oberfläche hinterlassen (Abb. 4.5). Diese Oberfläche ist zwar fähig, Helium weiter aufzusammeln, die Aufsammlerwahrscheinlichkeit ist jedoch deutlich kleiner, da Helium durch die Poren und Risse leichter entweichen kann.

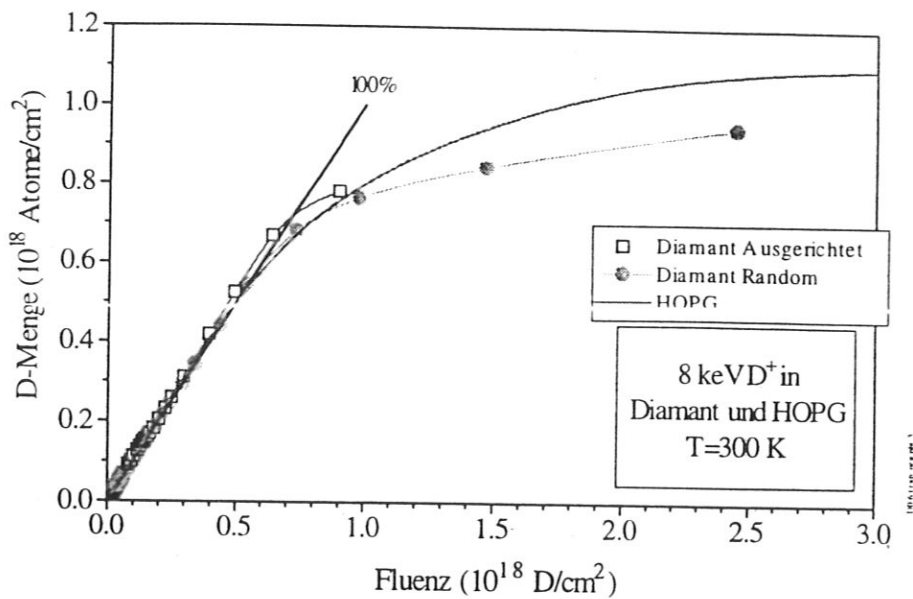
In EK98 wird bei 300 K eine kleinere Aufsammlerwahrscheinlichkeit (80%) als in HOPG bestimmt. EK98 besteht aus Kristalliten unterschiedlicher Größe, amorphen Bereichen und kleinen Körnern [Chernikov 1994]. Die Kristallite sind willkürlich orientiert. Poren sind auch vorhanden. Wegen der großen Beweglichkeit des Heliums entlang den Graphitebenen kann es leicht Poren, offene Flächen und Korngrenzen erreichen, von denen aus es leicht entweichen kann. Helium, welches sich im Inneren eines Kornes befindet oder in Kristalliten parallel zu den Ebenen implantiert wird, kann nicht desorbieren. Ein kleinerer Anteil des Heliums, das in kantenorientierten Kristalliten implantiert wird, wird ebenfalls auf gesammelt.

Bei 720 K wird in EK98 eine kleinere aber immer noch beträchtliche Heliummenge von 14% der implantierten Fluenz zurückgehalten. Wegen der willkürlichen Orientierung der Kristallite wird nur sehr wenig Helium senkrecht zu den Ebenen implantiert. Für Kristallite deren Graphitebenen parallel zur Implantationsrichtung orientiert sind, ist zu erwarten, daß sie kein Helium zurückhalten, da entlang der Graphitebenen implantiertes Helium bereits bei 500 K vollständig desorbiert [Möller 1982]. Bisher ist nichts über den Einfluß von Strahlenschäden auf das Auf sammeln von Helium bei hohen Temperaturen bekannt. Da ein Einfluß von Strahlenschäden auf die Reemission von Helium bei 300 K beobachtet wird und bei 720 K auch Strahlenschäden erzeugt werden, ist zu erwarten, daß sie auch auf das Auf sammeln bei hoher Temperatur Einfluß haben. Im Gegensatz zu den Ergebnissen bei 300 K können die Kristallite, deren Graphitebenen senkrecht zur Implantationsrichtung orientiert sind, Helium bei 720K nicht mehr vollständig auf sammeln, da dieses bei erhöhter Temperatur entlang der Graphitebenen bis an Korngrenzen und Poren wandern und somit leicht entweichen kann.

Im Gegensatz zu Helium wird Wasserstoff (Deuterium) bis zu hohen Konzentrationen in HOPG auf gesammelt. Weder die Oberflächenbeschaffenheit noch die Gitterstruktur der Proben beeinflußt das Auf sammeln von Wasserstoff bei Raumtemperatur merklich. In Graphit wird, unabhängig von der Gitterstruktur und Implantationsrichtung eine Sättigungskonzentration von etwa 0.4 D/C für Deuterium in Graphit festgestellt [Siegele 1991, Staudenmaier 1979]. Die Aufsammlerwahrscheinlichkeit für die Implantation kleiner Fluenzen von Wasserstoff in Graphit hängt stark von der Substrattemperatur ab. Bei 770 K beträgt sie etwa 1/3 der Aufsammlerwahrscheinlichkeit bei 300 K.

### Diamant

Unsere Experimente zeigen, daß 20 keV Helium in Diamant bei 300 K unter Vernachlässigung des reflektierten Anteils zunächst vollständig auf gesammelt wird (Abb. 5.9). Mit zunehmender Fluenz ( $\Phi > 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup>) setzt allmählich die Reemission ein und die auf gesammelte Heliummenge erreicht einen Sättigungswert. Eine Konzentration von etwa 0.08 He/C wird bei einer Fluenz von  $2.7 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup> erreicht. Diese Konzentration ist kleiner als die Sättigungskonzentration, die in Metallen beobachtet wird ( $\sim 0.3$  He/Metallatom) [Bauer 1978].



**Abb. 5.10** Deuteriumeinfang durch Implantation von 8 keV  $D^+$  in Diamant und HOPG bei 300 K. Die Daten für HOPG aus Referenz [Siegele 1991].

An der Oberfläche konnte weder Blisterbildung noch Abblättern festgestellt werden, obwohl oberhalb von etwa  $4 \cdot 10^{16}$  He/cm $^2$  die implantierte Diamantschicht stark geschädigt und zum Teil graphitisiert ist. Mit TEM wurden in heliumimplantiertem Diamant ( $\Phi = 2.7 \cdot 10^{17}$  He/cm $^2$ ,  $E_0 = 30$  keV) Blasen mit Größen zwischen 3 und 5 nm nachgewiesen [Griffioen 1986]. In unseren implantierten Schicht sind daher ebenfalls Blasen zu erwarten. Frühere Messungen des Aufsammelns von Helium in Diamant sind nicht bekannt.

In Metallen wird beobachtet, daß Helium an Defekten (hauptsächlich an Leerstellen) gebunden wird [Biersack 1980]. Wegen seiner sehr kleinen Löslichkeit wandert Helium durch das Metallgitter bis es an einer Leerstelle eingefangen wird. Bei höheren Fluenzen bilden sich Heliumblasen. Bei der Implantation von energiereichen Ionen wird beobachtet, daß Helium am Ende der Reichweite eingefangen wird [Biersack 1980]. In unseren Experimenten werden bei 300 K etwa 50 Defekte pro einfallendes Heliumion erzeugt, so daß eine ausreichend große Anzahl von Defekten vorhanden ist, an denen Helium gebunden werden kann.

### 5.2.2 Deuteriumeinfang

Der Einfang von Deuterium in Diamant bei 300 K zeigt große Ähnlichkeit mit dem Einfang in HOPG (Abb. 5.10) und in anderen Graphiten [Siegele 1991, Staudenmaier 1979, Doyle 1980, Doyle 1981]. Bei 8 keV Deuterium stellt sich eine Sättigungsfluenz von etwa  $10^{18}$  D/cm $^2$  ein. Sie stimmt gut mit der Sättigungsfluenz von  $1.18 \cdot 10^{18}$  D/cm $^2$  überein, die für Graphit aus Gl. 2.16 berechnet wird (siehe auch [Staudenmaier 1979]). Unter Berücksichtigung einer Implantationstiefe von 130 nm, die mit Hilfe von TRIM.SP-Rechnungen bestimmt wurde, ergibt sich aus der gemessenen Sättigungsfluenz ein Konzentrationsverhältnis von 0.43 D/C, welches wiederum gut mit dem beobachteten Konzentrationsverhältnis in HOPG und anderen

## 5.2 DISKUSSION: EINFANG UND DESORPTION

Graphiten übereinstimmt [Siegele 1991]. Diese Übereinstimmung der Konzentrationsverhältnisse in Diamant und Graphit, ist nicht verwunderlich, da bei hohen Fluenzen die implantierte Diamantschicht vollkommen graphitisiert ist.

Auch bei sehr kleinen Fluenzen ( $\sim 10^{15}$  D/cm<sup>2</sup>) wird in Diamant bei 300 K das gesamte implantierte Deuterium unter Vernachlässigung des reflektierten Anteils unabhängig von der Implantationsrichtung zurückgehalten. Dies stimmt gut mit dem Aufsammelverhalten von Deuterium in Graphit überein, bei dem das Aufsammeln keine Richtungsabhängigkeit zeigt und bei kleinen Fluenzen vollständig ist [Siegele 1991].

Bei der Implantation kleiner Fluenzen in Gitterführungsrichtung werden mit RBS-c in Diamant im Gegensatz zur Implantation in Randomrichtung sehr wenige Strahlenschäden beobachtet. Der Deuteriumeinfang ist dagegen von der Implantationsrichtung unabhängig. Dies könnte den Eindruck erwecken, daß die Strahlenschäden auf den Wasserstoffeinfang in Diamant keinen Einfluß haben. Es ist jedoch zu berücksichtigen, daß durch ioneninduziertes Ausheilen während der RBS-c-Messung in Gitterführungsrichtung sehr wenige Strahlenschäden gefunden werden (Kap. 4.2). Die Zunahme des Dechanneling-Hintergrunds nach dem ioneninduzierten Ausheilen deutet auf die Bildung ausgedehnter Defekte hin (Abb. 4.20). So sind im Diamant immer genügend Defekte vorhanden, an denen Deuterium gebunden sein kann.

### 5.2.3 Heliumdesorption

#### HOPG

Die Ergebnisse dieser Arbeit zur thermischen Desorption von Helium aus flächenorientiertem Graphit stimmen nur für Fluenzen größer als  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  mit den Ergebnissen von früheren Messungen [Atsumi 1985, Atsumi 1986, Möller 1982] überein. Bei früheren Messungen wurde eine Aktivierungsenergie der Desorption von etwa 1 eV bestimmt. Diese Aktivierungsenergie entspricht einem Maximum der thermischen Desorption  $T_p$  bei etwa 450 K. In unseren Experimenten zur thermischen Desorption von Helium an flächenorientiertem HOPG werden für Fluenzen kleiner als  $\Phi_E^{\text{RBS-c}}$  höhere Desorptionstemperaturen  $T_p$  festgestellt. Die Temperatur  $T_p$  hängt stark von der Fluenz ab. Für niedrige Fluenzen ist sie größer als für hohe Fluenzen.

Wie weiter oben diskutiert wurde, deuten die Reemissionsexperimente und unsere Aufsammelexperimente darauf hin, daß der Transport von Helium entlang der Ebenen wesentlich leichter ist als senkrecht dazu [Möller 1982, Jung 1992]. In unseren Experimenten zur Desorption von Helium, das bei 300 K mit Fluenzen  $\Phi \geq \Phi_E^{\text{RBS-c}}$  in HOPG implantiert wurde, treten offene Blister an der Oberfläche auf. Die genaue Temperatur, bei der die Blister erscheinen und abzuplatzen beginnen, kann mit der RBS-c Methode nicht bestimmt werden. Das Desorptionsverhalten und das Auftreten von offenen Blistern stehen jedoch miteinander im Zusammenhang. Bei den Desorptionsexperimenten für Fluenzen  $\Phi < \Phi_E^{\text{RBS-c}}$  werden keine offenen Blister beobachtet. Bei unseren Desorptionsexperimenten wird beobachtet, daß vor dem Aufheizen keine Blister vorhanden sind, während nach dem Aufheizen diese deutlich zu beobachten sind. Das heißt, daß das anisotrope Schwellen als Ursache für die beobachteten Blister ausgeschlossen werden kann, da anisotropes Schwellen von der Temperatur unabhängig sein sollte. Während des Aufheizens rekombinieren einige einfache Defekte, während stabile Defekte weiterhin bestehen bleiben. Gleichzeitig wächst der Druck des in Blasen aufgesammelten Heliums. Bei einer Temperaturerhöhung von 300 K auf 1000 K steigt der Druck um einen Faktor 3. Daher kann der Gasdruck als Ursache der Blisterbildung in guter

Übereinstimmung mit den Rechnungen von Higashida und Kamada angesehen werden [Kamada 1978, Higashida 1978]. Bei den Desorptionsexperimenten mit kleinen Fluenzen  $\Phi \leq \Phi_E^{\text{RBS-c}}$  wird außer der Bildung von geschlossenen Blistern die Bildung eines Zwillingsnetzwerks beobachtet. Trotzdem reichen die Spannungen nicht aus, um das Material zu zerreißen. Offene Blister werden nur für höhere Fluenzen  $\Phi > \Phi_E^{\text{RBS-c}}$  beobachtet, da dann die Konzentration von Defekten und der Gasgehalt größer als im Fall niedriger Fluenzen ist. Vor dem Aufheizen können Zwillingsnetzwerklinien an der Oberfläche beobachtet werden. Welche Rolle sie bei der Bildung offener Blister spielen, läßt sich aus den RBS-c Messungen nicht sagen. Jedenfalls zeigen die länglichen Risse, die nach dem Aufheizen beobachtet werden, ein Muster, das an die Zwillingsnetzwerklinien erinnert. Es könnte durchaus sein, daß sie schwache Stellen darstellen, die das Aufbrechen des Materials begünstigen.

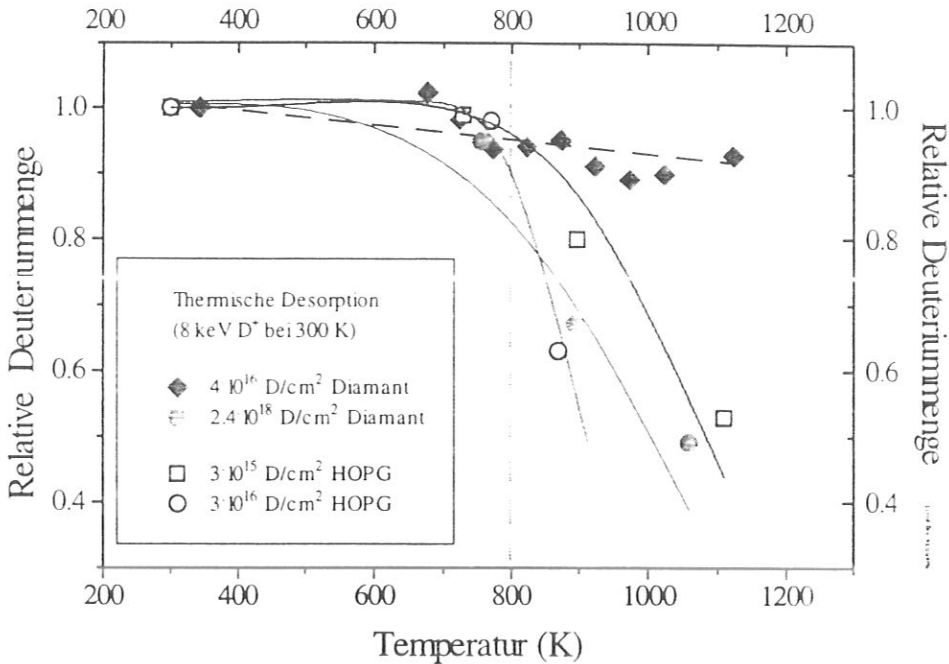
Bei kleinen Helium-Fluenzen  $\Phi \leq \Phi_E^{\text{RBS-c}}$  kann die Desorption erst einsetzen, wenn die Diffusion durch die Ebenen zur Oberfläche ausreichend groß wird, da keine Öffnungen vorhanden sind. Obwohl es sich um eine dünne Graphitschicht von etwa 100 nm handelt, sind Temperaturen von  $T_p \approx 950$  K erforderlich, um Desorption zu erhalten. Dies ist ein deutlicher Hinweis, daß die Diffusion durch die Graphitebenen sehr langsam ist. Mit einer Aktivierungsenergie  $E_a \approx 2.8$  eV bestimmt die Diffusion durch die Graphitebenen in diesem Fall die Desorption von Helium. Bei der Implantation von höheren Fluenzen  $\Phi > \Phi_E^{\text{RBS-c}}$  erfolgt die Freisetzung des aufgesammelten Heliums durch die Öffnung von Blistern. In diesem Fall kann zwar aus der Temperatur  $T_p$  eine Aktivierungsenergie berechnet werden, sie beschreibt aber nicht die Desorption sondern das Aufbrechen von Blistern.

Wie bereits diskutiert entstehen bei 720 K ioneninduzierte Defekte, die den Transport von Helium nur entlang der Graphitebenen beeinflussen. Da bei 300 K die ioneninduzierten Defekte keinen Einfluß auf den Transport von Helium senkrecht zu den Graphitebenen zeigten, wäre zu erwarten, daß dies auch für die Implantation bei 720 K gültig ist. Daher könnte man annehmen, daß nach Implantation bei Fluenzen  $\Phi < \Phi_E^{\text{RBS-c}}$  und Temperaturen von 300 K und 720 K die Desorption von Helium dasselbe Verhalten hat. Beobachtet wurde jedoch ein Einsetzen der Desorption bei etwa 720 K. Zudem konnten nach der Desorption keine offenen Blister an der Oberfläche beobachtet werden. Das deutet darauf hin, daß die Desorption im wesentlichen durch die Diffusion von Helium zur Oberfläche dominiert ist. Dabei wird eine kleinere Aktivierungsenergie  $E_a \approx 2.2$  eV als für Experimente mit einer Fluenz von  $\Phi \sim \Phi_A^{\text{RBS-c}}$  bei 300 K beobachtet. Diese mittlere Aktivierungsenergie damit zusammenhängen, daß die bei dieser Temperatur gebildeten Defekte auch die Diffusion senkrecht zu den Ebenen beeinflussen.

### EK98

Die Desorption von Helium, das bei 300 K in feinkörnigem Graphit (EK98) implantiert wurde, zeigt eine kleine Desorptionstemperatur  $T_p$ , aus der sich eine Aktivierungsenergie von etwa 1 eV berechnen läßt. Wie weiter oben diskutiert wird, befindet sich in diesem Material das aufgesammelte Helium im Inneren von Körnern, flächenorientierten Kristalliten und ein kleinerer Anteil in kantenorientierten Kristalliten. Das Helium aus den kantenorientierten Kristalliten desorbiert leicht. Das restliche Helium muß zuerst bis zu einer offenen Fläche (Korngrenze oder Pore) diffundieren, bevor es desorbieren kann. Für Helium, das bei 700 K in EK98 implantiert wurde, wird dieselbe Aktivierungsenergie für die Desorption bestimmt wie bei der Desorption von Helium, das bei 720 K in HOPG implantiert wurde. Dies unterstützt die Idee, daß ioneninduzierte Defekte die Diffusion senkrecht zu den Graphitebenen beeinflussen.





**Abb. 5.11** Thermische Desorption von Deuterium aus Diamant und HOPG. Daten für HOPG aus Referenz [Siegele 1991].

So wird die Desorption von Helium aus Graphit durch zwei verschiedene Mechanismen bestimmt. Einerseits erfolgt die Desorption durch Diffusion zur Oberfläche hin. Bei flächenorientiertem Graphit erfolgt die Diffusion durch die Graphitebenen, während für kantenorientierten Graphit die Diffusion leichter entlang der Graphitebenen erfolgt. Dieser Mechanismus ist besonders für kleine Fluenzen und für die Implantation bei hoher Temperaturen wesentlich. Andererseits geschieht die Desorption durch die Bildung von offenen Blistern. Dieser Mechanismus ist bei der Desorption aus flächenorientiertem Graphit dominant, der bei großen Helium-Fluenzen bei 300 K implantiert wurde.

### 5.2.4 Deuteriumdesorption

In dieser Arbeit wurde die thermische Desorption von Deuterium aus Diamant untersucht, der bei 300K mit 8 keV D<sup>+</sup> implantiert wurde. Es lassen sich Bereiche für Implantation mit kleinen und großen Fluenzen unterscheiden. Für kleine Fluenzen  $\Phi < 8 \cdot 10^{16}$  D/cm<sup>2</sup> wird bis zur höchsten verwendeten Desorptionstemperatur ( 1140 K) nur wenig Deuterium desorbiert (Abb. 5.12). Im Gegensatz dazu desorbiert Deuterium, das bis etwa zum Sättigungswert (  $\Phi \sim 10^{18}$  D/cm<sup>2</sup>) implantiert wurde, schon ab 700 - 800 K. Bei 1000 K bleibt etwa 50 % des ursprünglichen Deuteriums zurück. Interessant ist ein Vergleich zur Desorption von Deuterium aus Graphit, bei dem das Desorptionsverhalten nicht von der Fluenz abhängt.

#### Hohe Fluenzen

Bei hohen Fluenzen ist das Desorptionsverhalten ähnlich wie das von Deuterium aus HOPG und aus anderen Graphiten [Atsumi 1985, Doyle 1981, Roth 1987, Siegele 1991, Alimov 1992]. In

Graphit desorbiert Deuterium aus ionenimplantierten Schichten hauptsächlich in Form von  $CD_4$  oder als Wasserstoffmolekül  $D_2$  [Ashida 1984, Atsumi 1985, Roth 1987, Alimov 1992]. Im Temperaturbereich 800 - 900 K dominiert die Desorption in Form von Methan, während sie bei höherer Temperatur hauptsächlich in Form von Wasserstoffmolekülen erfolgt. Die Methanmoleküle und die dazugehörigen Prekursorstufen werden während der Implantation am Ende der Reichweite der Ionen erzeugt [Roth 1987, Chiu 1994]. Die thermische Energie ist notwendig, um die Moleküle freizusetzen. Die Wasserstoffmoleküle werden zum großen Teil ebenfalls am Ende der Reichweite der Ionen gebildet. Sie können wegen der Diffusion von Wasserstoffatomen in Graphit auch im Volumen gebildet werden [Chiu 1994]. In Graphit wird in stark geschädigten Schichten eine große Beweglichkeit von Methan und Wasserstoffmolekülen beobachtet.

Bei der Ionenimplantation von Diamant werden  $sp^3$ -Bindungen gebrochen und  $sp^2$ -Bindungen erzeugt. Für kleine Fluenzen sind in der implantierten Schicht beide Bindungszustände vorhanden. Oberhalb einer Fluenz, die von der implantierten Ionensorte abhängt (z.B.  $4 \cdot 10^{14}$  Sb/cm<sup>2</sup> bei 300 keV und 300 K) wird irreversible Graphitisierung der gesamten implantierten Schicht mit EPR- und Raman-Untersuchungen beobachtet [Braunstein 1980, Morhange 1975]. Die Fluenz, bei der die gesamte implantierte Schicht graphitisiert, ist etwa doppelt so groß wie die Fluenz, bei der die Randomhöhe über der gesamten geschädigten Tiefe erreicht wird [Braunstein 1980]. So kann angenommen werden, daß unsere Diamantschicht oberhalb einer Fluenz von etwa  $8 \cdot 10^{16}$  D/cm<sup>2</sup> graphitisiert ist. Die Desorption von Deuterium aus dieser graphitisierten Diamantschicht unterscheidet sich deshalb nicht von der aus Graphit. In welcher Form Deuterium aus den hochimplantierten Diamantschichten desorbiert, kann aus unseren Untersuchungen nicht gesagt werden.

### Niedrige Fluenzen

Für niedrige Fluenzen ist das Desorptionsverhalten von Deuterium aus Diamant anders als aus Graphit. Es wird bis zu Temperaturen von 1140 K keine Deuteriumdesorption aus Diamant beobachtet. Obwohl die implantierte Schicht auch bei  $4.5 - 8 \cdot 10^{16}$  D/cm<sup>2</sup> sehr geschädigt ist, findet in diesem Fall keine vollständige Graphitisierung statt. Bei diesen Fluenzen bleibt eine dünne Diamantschicht mit guter kristalliner Qualität an der Oberfläche zurück (Abb. 4.19), während in der Tiefe sich eine stark geschädigte Schicht bildet. Da in der stark geschädigten Schicht die Randomhöhe weitgehend erreicht wird, kann eine Teilgraphitisierung angenommen werden. In dieser Schicht sind sowohl  $sp^3$  als auch  $sp^2$ -Bindungen vorhanden. Hier sollte sich die Deuteriumbindung und -desorption ähnlich der in Graphit bzw. in Diamant bei hohen Fluenzen verhalten. Da bis zu 1140 K praktisch keine Desorption stattfindet, kann es sein, daß sich in der nur teilweise graphitisierten Schicht keine  $CH_x$ -Produkte oder Wasserstoffmoleküle bilden. Wahrscheinlicher jedoch ist, daß diese Produkte und Wasserstoffmoleküle gebildet werden, aber nur sehr langsam durch die dünne darüber liegende Diamantschicht diffundieren.

## 6. Zusammenfassung

Die Erzeugung, die thermische Stabilität und die Struktur von Ioneninduzierten Defekten durch die Implantation von Deuterium und Helium in Graphit, Diamant und SiC wurde untersucht.

Die Erzeugung von Strahlenschäden wurde mit RBS-c untersucht. Bei gleichen Bedingungen werden für die Deuterium- und Heliumimplantation mehr Strahlenschäden in Graphit als in Diamant oder SiC nachgewiesen. Bei Graphit wird eine erhöhte Rückstreuung festgestellt, die auf die Strukturänderung von Graphit zurückzuführen ist. Dabei handelt es sich einerseits um Spaltung und gleichzeitige Verkippung von Kristalliten und andererseits um die lokale Umordnung von Gitteratomen um die Defekte. Das macht RBS-c zu einer sehr empfindlichen Methode, um Strukturänderungen in Graphit zu untersuchen, und ergänzt sich so zu TEM.

Bei 300 K und gleicher Schädigungstiefenverteilung erzeugt Helium in allen Materialien mehr Schädigung als Deuterium. Die Verhältnisse der Anzahlen der Defekte, die durch die Deuterium- und Heliumimplantation erzeugt werden, stimmen gut mit den entsprechenden Verhältnissen der in nuklearen Stößen deponierten Energien überein. Hieraus wird geschlossen, daß die chemische Wechselwirkung der implantierten Ionen mit dem Targetmaterial keine große Rolle bei der Strahlenschädenerzeugung spielt. Kleine Unterschiede werden bei den Strukturen der gebildeten Defekte beobachtet. Für beide Ionenarten werden Punktdefekte und kleine Defektcluster gebildet, während für Helium zusätzlich Blasen und ausgedehnte Defekte erzeugt werden.

Kleine deuteriuminduzierte Defektkonzentrationen in Graphit heilen zum großen Teil unterhalb von 800 K aus, ohne daß dabei Deuterium desorbiert wird. Dieses Ausheilen ist auf Rekombination von Punktdefekten zurückzuführen. Zwischen 800 K und 950 K heilen nur wenige Defekte aus, während Deuterium zum großen Teil desorbiert. Das Ausheilen von heliuminduzierten Defekten konnte in Graphit mit RBS-c wegen der Blisterbildung und des Abblätterns nicht untersucht werden. In Diamant heilen kleine Defektkonzentrationen sowohl von deuterium- als auch von heliuminduzierten Defekten zum großen Teil unterhalb von 800 K aus. Dieses Ausheilen ist auf die Rekombination von Punktdefekten zurückzuführen. Zwischen 800 K und 1140 K heilen nur wenige Defekte aus. Während des gesamten Ausheilprozesses desorbiert bis 1140 K wenig Deuterium und Helium aus Diamant.

Das Aufsammeln von Helium in HOPG für Implantation senkrecht zu den Graphitebenen hängt vom Abblättern der Oberfläche ab. Vor dem Abblättern wird das gesamte implantierte Helium aufgesammelt, während nach dem Abblättern die Aufsammelwahrscheinlichkeit deutlich zurückgeht. Das Abblättern setzt bei hoher Temperatur früher ein als bei Zimmertemperatur. In Diamant wird zunächst das gesamte implantierte Helium aufgesammelt. Mit zunehmender Fluenz setzt zunehmend Reemission ein und die aufgesammelte Heliummenge geht allmählich in Sättigung über. Eine Konzentration von  $0.08 \text{ He/C}$  wird für die Implantation von  $1.7 \cdot 10^{17} \text{ He/cm}^2$  mit 20 keV bei 300 K erreicht.

## 6. ZUSAMMENFASSUNG

Das Aufsammeln von Deuterium in Diamant bei 300 K erfolgt ähnlich wie bei Graphit. Es ist unabhängig von der Implantationsrichtung. Bei hohen Fluenzen stellt sich ein Sättigungswert von 0.43 D/C ein, der gut mit dem in Graphit beobachteten Sättigungswert übereinstimmt.

Bei der thermischen Desorption von Helium aus flächenorientiertem HOPG werden zwei Mechanismen festgestellt. Die Desorption von Helium, das bei kleinen Fluenzen implantiert wurde, erfolgt durch Diffusion an die Oberfläche, während im Fall hoher Fluenzen die Freisetzung durch Öffnung von Blistern dominiert wird.

Bei der Desorption von Deuterium aus Diamant und HOPG werden deutliche Unterschiede festgestellt. Während aus HOPG Deuterium schon ab 800 K desorbiert, wird in Diamant bis zu 1140 K wenig Desorption beobachtet. Diese Unterschiede werden auf die verschiedenen Transporteigenschaften von Deuterium und Kohlenwasserstoffen in HOPG und Diamant zurückgeführt.

Damit wird die Aufgabenstellung folgendermaßen beantwortet:

Im Graphit (HOPG) werden sowohl für die Deuterium- als auch für die Heliumimplantation mehr Defekte mit RBS-c nachgewiesen, als mit TEM beobachtet oder mit TRIM.SP berechnet werden. Ursache dafür sind einerseits die Spaltung und Verkippung von Kristalliten und andererseits die lokale Umordnung von Gitteratomen um die Defekte.

Für die Erzeugung von Strahlenschäden in Graphit und Diamant bei 300 K spielt die chemische Wechselwirkung der implantierten Ionen mit dem Targetmaterial keine wichtige Rolle.

Für das Aufsammeln von Deuterium spielen die Gitterstruktur und Implantationsrichtung in Graphit und Diamant keine Rolle. Das Aufsammeln und die Desorption von Helium in Graphit hängt von der Implantationsrichtung ab.

Die Anisotropie der Gitterstruktur von Graphit äußert sich in der starken Bildung von Blistern und dem Abblättern bei Heliumbeschuß.

# Referenzen

- [Adel 1986] M. E. Adel, R. Kalish und V. Richter, *J. Mater. Res.* **1** (1986) 5003.
- [Agullo-Lopez 1988] F. Agullo-Lopez, C. R. W. Catlow und P. D. Townsend, *Point Defects in Materials*, Academic Press New York (1988).
- [Ahlen 1980] S. P. Ahlen, *Rev. Mod. Phys.* **52** (1980) 121.
- [Alder 1957] B. J. Alder und T. E. Wainwright, *J. Chem. Phys.* **27** (1957) 1208.
- [Alimov 1992] V. Kh. Alimov, R. Schwörer, B. M. U. Scherzer und J. Roth, *J. Nucl. Mat.* **187** (1992) 191.
- [Amelinckx 1966] S. Amelinckx und P. Delavignette, *Chemistry and Physics of Carbon* Vol. 1, Hsrg. P. L. Walker jr., Marcel Dekker, New York (1966) 1.
- [Anderson 1977] H. H. Anderson und J. F. Ziegler, *The Stopping Power and Ranges of Ions in Matter*, Pergamon Press, New York, Vol. 3 (1977).
- [Ashida 1982] K. Ashida, K. Ichimura, M. Matsuyama, H. Miyake und K. Watanabe, *J. Nucl. Mat.* **111/112** (1982) 769.
- [Ashida 1983] K. Ashida, K. Ichimura und K. Watanabe, *J. Vac. Sci. Technol.* **A1** (1983) 1465.
- [Ashida 1986] K. Ashida, K. Kanamori, K. Ichimura, M. Matsuyama und K. Watanabe, *J. Nucl. Mat.* **137** (1986) 288.
- [Atsumi 1985] H. Atsumi, S. Yamanaka, P. Son und M. Miyake, *J. Nucl. Mat.* **133/134** (1985) 268.
- [Atsumi 1986] H. Atsumi, S. Tokura, T. Yamauchi, S. Yamanaka, and M. Miyake, *J. Nucl. Mat.* **141/143** (1986) 258.
- [Austermann 1968] S. B. Austermann, In *Chemistry and Physics of Carbon*, Hrsg: P. L. Walter Jr. Dekker, New York (1968) 160
- [Bacon 1980] D. J. Bacon and A. S. Rao, *J. Nucl. Mat.* **91** (1980) 178.

## REFERENZEN

- [Bacon 1981] D. J. Bacon, I. Dümler and A. S. Rao, *J. Nucl. Mat.* **103/104** (1981) 427.
- [Baker 1961] C. Baker, Y. T. Chou und A. Kelly, *Phil. Mag.* **6** (1961) 1305.
- [Barry 1991] J. C. Barry, *Phil. Mag.* **A64** (1991) 111.
- [Bauer 1978] W. Bauer, *J. Nucl. Mat.* **76/77** (1978) 3.
- [Behrisch 1967] R. Behrisch, *Vakuum-Technik* **16** (1967) 250.
- [Behrisch 1976] R. Behrisch und J. Roth, in *Ion Beam Surface Layer Analysis* Vol 2. Hrsg: O. Meyer, G. Linker und F. Köppler, Plenum Publishing Corporation, New York (1976) 539.
- [Bethe 1930] H. A. Bethe, *Ann. Physik* **5** (1930) 325.
- [Bethe 1932] H. A. Bethe, *Zeitschrift für Physik* **76** (1932) 293.
- [Bethe 1934] H. A. Bethe und W. Heitler, *Proc. Roy. Soc.* **A146** (1934) 83.
- [Bichsel 1970] H. Bichsel, *Amer. Inst. of Phys. Handbook*, 3rd Ed. (1970).
- [Biersack 1980] J. P. Biersack und L. G. Haggmark, *Nucl. Instr. Meth.* **174** (1980) 257.
- [Biersack 1984] J. P. Biersack und W. Eckstein, *Appl. Phys. Lett* **34** (1984) 73.
- [Bird 1989] *Ion Beams for Materials Analysis*, Hrsg.: J. R. Bird und J. S. Williams, Academic Press Australia (1989).
- [Bloch 1933a] F. Bloch, *Ann. Physik* **16** (1933) 285.
- [Bloch 1933b] F. Bloch, *Zeitschrift für Physik* **81** (1933) 363.
- [Bøgh 1968] E. Bøgh, *Can. J. Phys.* **46** (1968) 653.
- [Bohn 1987] H. G. Bohn, J. M. Williams, C. J. McHargue und G. M. Begun, *J. Mat. Res.* **2** (1987) 107.
- [Bohr 1913] N. Bohr, *Phil. Mag.* **25** (1913) 10.
- [Bohr 1915] N. Bohr, *Phil. Mag.* **30** (1915) 581.
- [Bohr 1948] N. Bohr, *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.* **18** (1948) No. 8
- [Bollman 1964] W. Bollman, und G. R. Hennig, *Carbon* **1** (1964) 525.
- [Boutard 1988] D. Boutard, W. Möller und B. M. U. Scherzer, *Phys. Rev.* **B38** (1988) 2988.
- [Bragg 1905] W. H. Bragg, R. Kleeman, *Phil. Mag.* **10** (1905) 318.
- [Braun 1984] M. Braun und B. Emmoth, *J. Nucl. Mat.* **128/129** (1984) 657.

- [Braunstein 1980] G. Braunstein, A. Talmi, R. Kalish, T. Bernstein und R. Beserman, *Rad. Eff.* **48** (1980) 139.
- [Braunstein 1983] G. Braunstein und R. Kalish, *J. Appl. Phys.* **54** (1983) 2106.
- [Bredov 1958] M. M. Bredov, I. G. Lang und N. M. Okuneva, *Zh. Tekh. Fiz.* **28** (1958) 252. [*Sov. Phys. Tech. Phys.* **3** (1958) 228.]
- [Caticha-Ellis 1958] S. Caticha-Ellis und W. Cochran, *Act. Cryst.* **11** (1958) 245.
- [Causey 1979] R. A. Causey, T. S. Elliman und K. Verghese, *Carbon* **17** (1979) 323.
- [Causey 1986] R. A. Causey, M. I. Baskes, K. L. Wilson, *J. Vac. Sci. Tech.* **A4** (1986) 1189.
- [Chernikov 1994] V. N. Chernikov, Institute of Physical Chemistry of Russian Academy of Sciences, Leninsky prospect 31, Moskow 117915, Russia, Private Mitteilung.
- [Chiu 1994] S. Chiu und A. A. Haasz, *J. Nucl. Mat.* **210** (1994) 34.
- [Choyke 1984] W. J. Choyke, R. B. Irwin, J. N. McGruer, J. R. Townsend, K. Q. Xia, N. J. Doyle, B. O. Hall, J. A. Spitznagel und S. Wood. 13th Conference on Defects in Semiconductors (TMS-Aime, Colorado Ca 1984) 789.
- [Chu 1976] W. K. Chu, R. H. Kastl, R. F. Lever, S. Mader und B. J. Masters, in *Ion Implantation in Semiconductors*, Hrsg. F. Chernow, J. A. Borders und D. K. Brice, Plenum Press New York (1976).
- [Chu 1978] W. K. Chu, J. W. Mayer und M. Nicolet, *Backscattering spectrometry*, Academic Press, New York (1978).
- [Datz 1967] S. Datz, C. Erginsoy, G. Liebfried und H. O. Lutz, *Rep. of Nucl. Sci.* **17** (1967) 129.
- [Davis 1991] J. W. Davis und A. A. Haasz, *J. Nucl. Mat.* **183** (1991) 229.
- [Della Mea 1975] G. Della Mea, A. V. Drigo, S. LoRusso, P. Massoldi, G. Cornara, S. Yamaguchi, G. G. Bentini, G. Cembali und F. Zignani, in *"Atomic Collisions in Solids"*, Plenum Press New York (1975) 811.
- [Derry 1980] T. E. Derry, R. W. Fearick und J. P. F. Sellschop, *Nucl. Instr. Meth.* **170** (1980) 135.
- [Dischler 1983] B. Dischler, A. Bulenzer, P. Koidl, *Sol. State Comm.* **48** (1983) 105.
- [Doyle 1980] B. L. Doyle, W. R. Wampler, D. K. Brice und S. T. Picraux, *J. Nucl. Mater.* **93/94** (1980) 551.
- [Doyle 1981] B. L. Doyle, W. R. Wampler und D. K. Brice, *J. Nucl. Mat.* **103/104** (1981) 513.
- [Dresselhaus 1988] M. S. Dresselhaus und J. Steinbeck, *Tanso* **132** (1988) 44.

## REFERENZEN

- [Dresselhaus 1992] M. S. Dresselhaus und R. Kalish, *Ion Implantation in Diamond, Graphite and Related Materials*, Springer Series in Material Sciences 22, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1992).
- [Eckstein 1991] W. Eckstein, *Computer Simulation of Ion-Solid Interactions*, Springer Series in Materials Science 10, Springer Verlag (1991).
- [Eckstein 1993] W. Eckstein, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Boltzmannstr. 2, 85748 Garching, Private Mitteilung (1993).
- [Edmond 1986] J. A. Edmond, S. P. Withrow, H. J. Kong und R. F. Davis, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **51** (1986) 395.
- [Edmond 1988] J. A. Edmond, R. F. Davis, S. P. Withrow und K. L. More, *J. Mat. Res.* **3** (1988) 321.
- [EerNisse 1977] E. P. EerNisse und S. T. Picraux, *J. Appl. Phys.* **48** (1977) 9.
- [Eggen 1950] D. T. Eggen, Report NAA-SR-69.
- [Eisen 1972] F. H. Eisen, G. J. Clark, J. Bøttiger und J. M. Poate, *Rad. Eff.* **13** (1972) 93.
- [Elman 1981] B. S. Elman, M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, E. M. Maby und H. Mazurek, *Phys. Rev.* **B24** (1981) 1027.
- [Elman 1984a] B. S. Elman, G. Braunstein, M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, T. Venkatesan und B. Wilkens, *J. Appl. Phys.* **56** (1984) 2114.
- [Elman 1984b] B. S. Elman, G. Braunstein, M. S. Dresselhaus, T. Venkatesan und J. M. Gibson, *Phys. Rev.* **B29** (1984) 4703.
- [Elman 1984c] B. S. Elman, G. Braunstein, M. S. Dresselhaus, T. Venkatesan, B. Wilkens und J. M. Gibson, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **27** (1984) 461.
- [Elman 1985] B. S. Elman, G. Braunstein, M. S. Dreseeelhaus und T. Venkatesan, *Nucl. Instr. Meth.* **7/8** (1985) 493.
- [Erents 1976a] S. K. Erents, C. M. Braganza und G. M. McCracken, *J. Nucl. Mat.* **63** (1976) 399.
- [Erents 1976b] S. K. Erents, *Inst. Phys. Conf. Ser. No.* **28** (1976) 318.
- [Erginsoy 1965] C. Erginsoy, *Phys. Rev. Lett.* **15** (1965) 360.
- [Evans 1964] T. Evans und P. F. James, *Proc. Roy. Soc.* **A271** (1964) 260.
- [Farrell 1966] G. Farrell und G. Carter, *Vacuum* **17** (1966) 15.
- [Fearick 1980a] R. W. Fearick und J. P. F. Sellshop, *Nucl. Instr. Meth* **168** (1980) 195.
- [Fearick 1980b] R. W. Fearick und J. P. F. Sellshop, *Nucl. Instr. Meth.* **168** (1980) 51.



- [Feldman 1982] L. C. Feldman, J. W. Mayer und S. T. Picraux, *Materials Analysis by Ion Channeling*, Academic Press, New York (1982).
- [Fermi 1928] E. Fermi, *Z. Phys.* **48** (1928) 73.
- [Firsov 1957a] O. B. Firsov, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **32** (1957) 1464.
- [Firsov 1957b] O. B. Firsov, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **33** (1957) 696.
- [Firsov 1958a] O. B. Firsov, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **34** (1958) 447.
- [Firsov 1958b] O. B. Firsov, *JEPT* **7** (1958) 308.
- [Foti 1977] G. Foti, L. Csepregi, E. F. Kennedy, P. P. Pronko und J. W. Mayer, *Phys. Lett.* **64A** (1977) 265.
- [Foti 1978] G. Foti, L. Csepregi, E. F. Kennedy und J. W. Mayer, *Phil. Mag.* **A37** (1978) 591.
- [Frank 1964] F. C. Frank, *Proc. Phys. Soc.* **84** (1964) 745.
- [Franzen 1992] P. Franzen, W. Möller und B. M. U. Scherzer, *Nucl. Instr. Meth.* **B67** (1992) 536.
- [Freise 1963] E. J. Freise und A. Kelly, *Phil. Mag.* **8** (1963) 1519.
- [Gärtner 1984a] K. Gärtner, K. Hehl, G. Schlotzhauer, *Nucl. Instr. Meth.* **B4** (1984) 55.
- [Gärtner 1984b] K. Gärtner, K. Hehl und G. Schlotzhauer, *Nucl. Instr. Meth.* **B4** (1984) 63.
- [Gärtner 1990] K. Gärtner, W. Wesch, G. Götz, *Nucl. Instr. Meth.* **B48** (1990) 192.
- [Gemmel 1974] D. S. Gemmel, *Rev. Mod. Phys.* **46** (1974) 129.
- [Gmelin 1968] Gmelin, *Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie, Kohlenstoff* Teil B, Lieferung 2, 408, Seriennummer 14 (Verlag Wiensheim 1968).
- [Gmelin 1984] Gmelin, *Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie, Silicon*, Supplement Volume B2, Springer Verlag, Berlin 1984.
- [Goggin 1963] P. R. Goggin und W. N. Reynolds, *Phil. Mag.* **8** (1963) 265.
- [Gotoh 1984] Y. Gotoh, *Fusion Technol.* **6** (1984) 424.
- [Gotoh 1989] Y. Gotoh, H. Shimizu, H. Murakami, *J. Nucl. Mat.* **162/164** (1989) 851.
- [Griffioen 1986] C. C. Griffioen, Dissertation, Technische Universiteit Delft, Holand (1986) (auf Holländisch).
- [Hall 1976] B. O. Hall, *J. Nucl. Mat.* **63** (1976) 285.

## REFERENZEN

- [Hannemann 1967] R. E. Hannemann, H. M. Strong und F. P. Bundy, *Science* **155** (1967) 955.
- [Harker 1967] H. Harker und J. B. Horsley, *Phil. Mag.* **16** (1967) 23.
- [Harris 1968] J. W. Harris, *Industrial Diamond Review* **28** (1968) 458.
- [Higashida 1978] Y. Higashida und K. Kamada, *J. Nucl. Mat.* **73** (1978) 30.
- [Hoffman 1991a] A. Hoffman, S. Praver und M. Folman, in *Surface Chemistry and Beam-Solid Interactions*, Hrsg. H. Atwater. MRS. Proc. 201 (1991) 619.
- [Hoffman 1991b] A. Hoffman und S. Praver, *Appl. Phys. Lett.* **58** (1991) 361.
- [Hojou 1985] K. Hojou und K. Izui, *J. Nucl. Mat.* **133-134** (1985) 709.
- [Hojou 1988a] K. Hojou, S. Furuno, H. Otsu, K. Izui und T. Tsukamoto, *J. Nucl. Mat.* **155-157** (1988) 298.
- [Hojou 1988b] K. Hojou und K. Izui, *J. Nucl. Mat.* **160** (1988) 147.
- [Hojou 1992] K. Hojou, S. Furuno, K. N. Kushita, H. Otsu und K. Izui, *J. Nucl. Mat.* **191/194** (1992) 583.
- [Howe 1976] L. M. Howe, M. L. Swanson und A. F. Quenneville, *Nucl. Instr. Meth.* **132** (1976) 241.
- [Ishiwara 1976] H. Ishiwara und S. Furukawa, *J. Appl. Phys.* **47** (1976) 1686
- [Iwata 1963] T. Iwata und H. Suzuki, *Proc. Symp. on Rad. Damage in Solids and Reactor Materials*, IAEA, Wien (1963).
- [Iwata 1966] T. Iwata und T. Nihira, *Phys. Lett.* **23** (1966) 631.
- [Iwata 1971] T. Iwata und T. Nihira, *J. Phys. Soc. Japan* **31** (1971) 1761.
- [Iwata 1975] T. Iwata, H. Maeta und S. Okuda, *Phys. Lett.* **53A** (1975) 295.
- [Iwata 1976] T. Iwata und T. Nihira, *Jap. J. Appl. Phys.* **15** (1976) 575.
- [Jousset 1974] J. C. Jousset, J. Mory und J. J. Quillico, *J. Physique Lettres* **35** (1974) L229.
- [Jung 1978] P. Jung, *Rad. Eff.* **35** (1978) 155.
- [Jung 1991] P. Jung und H. Schroeder, *J. Nucl. Mat.* **185** (1991) 149.
- [Jung 1992] P. Jung, *J. Nucl. Mat.* **191/194** (1992) 377.
- [Kamada 1978] K. Kamada und Y. Higashida, *J. Nucl. Mat.* **73** (1978) 41.
- [Kazumata 1977] Y. Kazumata, *J. Nucl. Mat.* **68** (1977) 257.

- [Kazumata 1986] Y. Kazumata, S. Yugo, T. Kimura, Y. Sato und Y. Nakano, *J. Phys. Chem. Solids* **47** (1986) 617.
- [Kelly 1981] B. T. Kelly, *Physics of Graphite*, Applied Science Publishers Ltd., London (1981) 37
- [Kinchin 1955] G. H. Kinchin, R. S. Pease, *Rep. Prog. Phys.* **18** (1955) 1.
- [Kittel 1971] Ch. Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, Wiley 1971.
- [Kótai 1987] E. Kótai, F. Pászti, A. Manuaba, G. Mezey, J. Gyulai, A. Barna, P. Barna und G. Radnóczy, *Nucl. Instr. Meth.* **B19/20** (1987) 312.
- [Kushita 1992] K. N. Kushita, K. Hojou, S. Furuno und H. Otsu, *J. Nucl. Mat.* **191/194** (1992) 346.
- [Langley 1978] R. A. Langley, B. M. U. Scherzer und J. Roth, *J. Nucl. Mat.* **76/77** (1978) 313.
- [Lehmann 1963] Ch. Lehmann und G. Liebfried, *J. Appl. Phys.* **34** (1963) 2821.
- [Lenz 1932] W. Lenz, *Z. f. Physik* **77** (1932) 713; H. Jensen, *Zeitschrift für Physik* **77** (1932) 722.
- [Lindhard 1953] J. Lindhard und M. Scharff, *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.* **27** (1953) 15.
- [Lindhard 1954] J. Lindhard, *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.* **28** (1954) 8.
- [Lindhard 1961] J. Lindhard und M. Scharff, *Phys. Rev.* **124** (1961) 128.
- [Lindhard 1963] J. Lindhard, M. Scharff und H. E. Schiøtt, *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.* **33** (1963) 14.
- [Lindhard 1964] J. Lindhard und A. Winther, *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.* **34** (1964) 4.
- [Lindhard 1965] J. Lindhard, *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.* **34** (1965) 1.
- [Lindhard 1968] J. Lindhard, J. Nielsen und M. Scharff, *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.* **36** (1968).
- [Liu 1990] B. Liu, G. S. Sandhu, N. R. Parikh und M. L. Swanson, *Nucl. Inst. Meth.* **B45** (1990) 420.
- [Maby 1981] E. W. Maby, C. W. Magee und J. H. Morewood, *Appl. Phys. Lett.* **39** (1981) 157.
- [Masey 1966] D. J. Masey und R. S. Barnes: *Proc. 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Electr. Micr.*, Kyoto, Vol. 1 (1966) 365.
- [Matsunami 1977] N. Matsunami, T. Goto und N. Itoh, *Rad. Effects* **33** (1977) 209.

## REFERENZEN

- [Mayer 1977] J. W. Mayer und E. Rimini (Hrsg. ): *Ion Handbook for Material Analysis*, Academic Press, New York (1977).
- [Miyagawa 1984] S. Miyagawa, Y. Ato, Y. Miyagawa, Jap. J. App. Phys. **23** (1984) 1380.
- [Miyahara 1988] A. Miyahara und T. Tanabe, J. Nucl. Mat. **155-157** (1988) 49.
- [Miyamoto 1989] I. Miyamoto, K. Nishimura, K. Kawata, H. Kawarada und S. Shimada, Nucl. Instr. Meth. **B39** (1989) 689.
- [Moliere 1947] G. Moliere, Z. Naturforsch. **A2** (1947) 13.
- [Möller 1982] W. Möller, B. M. U. Scherzer und J. Ehrenberg, J. Nucl. Mat. **111/112** (1982) 669.
- [Möller 1986] W. Möller und J. Roth, in *Physics of Plasma-Wall-Interactions in Controlled Fusion*, Hrsg. D. E. Post und R. Behrisch, Plenum Press, New York (1986).
- [Möller 1989] W. Möller, J. Nucl. Mat. **162** (1989) 138.
- [Montet 1967] G. L. Montet, Carbon **5** (1967) 19.
- [More 1973] A. W. More, In *Chemistry and Physics of Carbon*, Hrsg: P. L. Walter Jr. , P. A. Thrower (Dekker, New York 1973) 69.
- [Morgan 1973] D. V. Morgan (Hrsg. ), *Channeling*, John Wiley & Sons, London (1973).
- [Morhange 1975] J. F. Morhange, R. Beserman und J. C. Bourgoïn, Jpn. J. Appl. Phys. **14** (1975) 544.
- [Mory 1972] J. Mory und Y. Quere, Rad. Eff. **13** (1972) 57.
- [Mory 1976] J. Mory, Rapport CEA-R-4745 (1976).
- [Nagata 1984] S. Nagata, S. Yamaguchi, Y. Fujino, M. hirabayashi und K. Kamada, J. Nucl. mat. **128-129** (1984) 760.
- [Nakata 1991] K. Nakata, S. Kasahara, S. Shimanuki, Y. Katano, H. Ohno und J. Kunija, J. Nucl. Mat. **179-181** (1991) 403.
- [Nelson 1963] R. S. Nelson und M. W. Thompson, Phil. Mag. **8** (1963) 1677.
- [Nelson 1975] R. S. Nelson, in *Radiation Damage Processes in Materials*, Hrsg. :C. H. C. Duphy, Noordhoff, Leyden (1975) 261.
- [Niwase 1991] K. Niwase und T. Tanabe, J. Nucl. Mat. **179/181** (1991) 218.
- [Niwase 1988] K. Niwase, M. Sugimoto, T. Tanabe, und F. E. Fujita, J. Nucl. Mat. **155/157** (1988) 303.

- [Niwase 1990] K. Niwase, N. Nakamura, I. Tanaka, Y. Miyamoto und T. Tanabe, J. Nucl. Mat. **190** (1990) 106.
- [Niwase 1992a] K. Niwase, T. Tanabe und I. Tanaka, J. Nucl. Mat. **191/194** (1992) 335.
- [Niwase 1992b] K. Niwase und T. Tanabe, Proc. Int. Symp. on Mat. Chem. in Nucl. Env., Tsukuba Japan (1992) 437.
- [Niwase 1993a] K. Niwase, Private Mitteilung.
- [Niwase 1993b] K. Niwase und T. Tanabe, Materials Transactions, JIM **34** (1993) 1111.
- [O'Connor 1986] D. J. O'Connor und J. P. Biersack, Nucl. Instr. Meth **B15** (1986) 14.
- [Oen 1976] O. S. Oen und M. T. Robinson, Nucl. Inst. Meth. **132** (1976) 647.
- [Ohr 1972] S. M. Ohr, A. Wolfenden und T.S. Noggle in *Electron Microscopy and Structure of Materials*, Hrsg: G. Thomas, University of California Press (1972) 964.
- [Oshima 1991] R. Oshima, S. Honda, G. C. Hua, T. Tanabe und F. E. Fujita, J. Nucl. Mat. **179/181** (1991) 947.
- [Prins 1986] J. F. Prins, T. E. Derry und J. P. F. Sellshop, Phys. Rev. **B34** (1986) 8870.
- [Queré 1968] Y. Queré, Phys. Stat. Solidi **30** (1968) 713.
- [Rechtin 1978] M. D. Rechtin, P. P. Pronko, G. Foti, L. Csepregi, E. F. Kennedy und J. W. Mayer, Phil. Mag. **A37** (1978) 605.
- [Redhead 1962] P. A. Redhead, Vacuum **12** (1962) 203.
- [Reynolds 1960] W. N. Reynolds und P. R. Goggin, Phil. Mag. **5** (1960) 1049.
- [Reynolds 1968] W. N. Reynolds, *Physical Properties of Graphite*, Elsevier, London (1968).
- [Rimini 1978] E. Rimini, in: *Materials Characterisation Using Ion Beams*, Hrsg. : J. P. Thomas und A. Cachard, Plenum Press, London (1978) 455.
- [Robinson 1974] M. T. Robinson, I. M. Torrens, Phys. Rev. **B9** (1974) 5008.
- [Roth 1980] J. Roth, B. M. U. Scherzer, R. S. Blewer, D. K. Brice, S. T. Picraux und W. R. Wampler, J. Nucl. Mat. **93/94** (1980) 601.
- [Roth 1987] J. Roth und J. Bohdansky, Appl. Phys. Lett. **51** (1987) 964.
- [Roth 1988] J. Roth, R. A. Zuhr, S. P. Withrow und W. P. Eatherly, J. Appl. Phys. **63** (1988) 2603.

## REFERENZEN

- [Saidoh 1981] M. Saidoh, R. Yamada und K. Nakamura, *J. Nucl. Mat.* **102** (1981) 97.
- [Scherzer 1982] B. M. U. Scherzer, R. Behrisch, W. Eckstein, U. Littmark, J. Roth und M. K. Sinha, *Nucl. Instr. Meth.* **194** (1982) 497.
- [Schumacher] U. Schumacher, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Boltzmannstr. 2, 85478 Garching, Private Mitteilung.
- [Seitz 1956] F. Seitz und J. S. Koehler, *Solid State Phys.* **2** (1956) 307.
- [Sellshop 1992] J. P. F. Sellshop, S. H. Connell, C. C. P. Madiba, E. Sideras-Haddad, M. C. Stemmet, K. Bharuth-Ram, H. Appel, W. Kundig, B. Patterson und E. Holschuh, *Nucl. Instr. Meth.* **B68** (1992) 133.
- [Sidorov 1992] M. V. Sidorov, R. Oktyabrsky, M. A. Lomidze und A. E. Gorodetzky, *Rad. Eff.* **124** (1992) 223.
- [Siegele 1990] R. Siegele, S. P. Withrow, J. Roth und B. M. U. Scherzer, *J. Nucl. Mat.* **176/177** (1990) 1010.
- [Siegele 1991] R. Siegele, Dissertation, Technische Universität München, 1991
- [Siegele 1993] R. Siegele, J. Pennycook, J. Roth und B. M. U. Scherzer, *J. Appl. Phys.* **73** (1993) 2225.
- [Sigmund 1969a] P. Sigmund, *Appl. Phys. Lett.* **14** (1969) 114.
- [Sigmund 1969b] P. Sigmund, *Rad. Effects* **1** (1969) 15.
- [Sigmund 1975] P. Sigmund, in *Radiation Damage Processes in Materials*, Hrsg. C. H. S. Du Puy, Noordhoff, Leyden (1975).
- [Sigurd 1973] D. Sigurd, R. W. Bower, W. F. Van Der Weg und J. W. Mayer, *Thin Solid Films* **19** (1973) 319.
- [Simmons 1965] J. H. W. Simmons, *Radiation Damage in Graphite*, Pergamon Press (1965) Oxford.
- [Sommerfeld 1932] A. Sommerfeld, *Z. f. Physik* **78** (1932) 283.
- [Sone 1982] K. Sone und G. M. McCracken, *J. Nucl. Mat.* **111/112** (1982) 606.
- [Staudenmaier 1979] G. Staudenmaier, J. Roth, R. Behrisch, J. Bohdansky, W. Eckstein, P. Staib, S. Mattesen und S. K. Erents, *J. Nucl. Mat.* **84** (1979) 149.
- [Teicher 1982] M. Teicher und R. Beserman, *J. Appl. Phys.* **53** (1982) 1467.
- [Thomas 1927] L. H. Thomas, *Proc. Camb. Phys. Soc.* **23** (1927) 542.
- [Thomas 1976] G. J. Thomas, W. Bauer, P. L. Mattern und B. Granoff, *Adv. in Chem.* **158** (1976) 97.

- [Thrower 1969] P. A. Thrower in *Chemistry and Physics of Carbon*, Vol. 5 (1969) 217, Hrsg. P. L. Walker jr., Marcel Dekker, New York.
- [Thrower 1978] P. A. Thrower und R. M. Mayer, *Phys. Stat. Sol.* **A47** (1978) 11.
- [Torrens 1972] I. M. Torrens, *Interatomic Potentials*, Academic Press, New York 1972.
- [Tuinstra 1970] F. Tuinstra und J. L. Koenig, *J. Chem. Phys.* **53** (1970) 1126.
- [Varelas 1970] C. Varelas und J. P. Biersack, *Nucl. Instr. Meth.* **79** (1970) 213.
- [Vavilov 1978] V. S. Vavilov, *Rad. Eff.* **37** (1978) 229.
- [Vavilov 1979] V. S. Vavilov, V. V. Krasnopevtsev, Y. V. Miljutin, A. E. Gorodetsky und A. P. Zakharov, *Rad. Eff.* **22** (1974) 141.
- [Ventkatesan 1984a] T. Venkatesan, B. S. Elman, G. Braunstein, M. S. Dresselhaus und G. Dresselhaus, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **27** (1984) 467.
- [Ventkatesan 1984b] T. Venkatesan, B. S. Elman, G. Braunstein, M. S. Dresselhaus und G. Dresselhaus, *J. Appl. Phys.* **56** (1984) 2232.
- [Wampler 1990] W. R. Wampler, B. L. Doyle, R. A. Causey und K. L. Wilson, *J. Nucl. mat.* **176/177** (1990) 983.
- [Wielunski 1982] M. Wielunski, Doktorarbeit, Instytut Badan Jadrowych, Warschau (1982) (auf Polnisch).
- [Williamson 1960] G. K. Williamson, *Proc. Roy. Soc.* **A257** (1960) 457.
- [Wilson 1977] W. D. Wilson, L. G. Haggmark und J. P. Biersack, *Phys. Rev.* **15** (1977) 2458.
- [Wilson 1984] K. L. Wilson in *Data Compendium for Plasma Surface Interactions*, *Nucl. Fusion*, Special Issue. (1984).
- [Wilson 1987] K. L. Wilson und W. L. Hsu, *J. Nucl. Mat.* **145/147** (1987) 121.
- [Wilson 1991] K. L. Wilson, R. Bastasz, R. A. Causey, D. K. Brice, B. L. Doyle, W. R. Wampler, W. Möller, B. M. U. Scherzer und T. Tanabe, *Nuclear Fusion Suppl.* **1** (1991) 31.
- [Wood 1983] S. Wood, J. Gregg, J. A. Spitznagel, N. J. Doyle, R. B. Irwin, J. R. Townsend und W. J. Choyke, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **67** (1983) 247.
- [Wyckoff 1963] R. W. G. Wyckoff, *Crystal Structures*, Interscience 1963.
- [Yoshida 1992] A. Yoshida und Y. Hishiyama, *J. Mater. Res.* **7** (1992) 1400.
- [Ziegler 1972] J. F. Ziegler, *J. Appl. Phys.* **43** (1972) 2973.
- [Ziegler 1977] J. F. Ziegler, *The Stopping and Ranges of Ions in Matter*, Pergamon Press, New York Vol. 4 (1977).

## REFERENZEN

- [Ziegler 1980] J. F. Ziegler, J. P. Biersack und J. Cuomo, Unpublished (1980).
- [Ziegler 1985] J. F. Ziegler, J. P. Biersack und U. Littmark, *The Stopping and Range of Ions in Solids*, Pergamon Press, New York (1985).



# Danksagung

Herrn Prof. Dr. V. Dose danke ich für die akademische Betreuung dieser Arbeit und für die freundliche Aufnahme in seiner Abteilung .

Besonderen Dank schulde ich Herrn Dr. B. M. U. Scherzer für die Anregung diese Thema zu bearbeiten, für die geduldige und gründliche Durchsicht des Manuskripts und für die Zusammenarbeit in den letzten drei Jahren.

Besonderen Dank schulde ich ebenfalls den Herren Dr. G. Aguilar S. und Dr. J. Rickards C. sowie der Dirección General de Asuntos del Personal Académico der Universidad Nacional Autónoma de México für die finanzielle Unterstützung während der Dauer dieser Arbeit.

Herrn Dr. W. Eckstein danke ich für die Erlaubnis TRIM.SP zu benutzen und für konstruktive Diskussionen über die Simulation von Transport von Ionen in Festkörpern.

Für die Unterstützung bei der Anfertigung einiger Zeichnungen danke ich Frl. Treske.

Mein besonderer Dank gilt auch den Herren Dr. Schwörer, Dr. Ch. Linsmeier, P. Hanesch M.Mayer, T. Langhoff und allen anderen, die mich bei der grammatischen Korrektur und Korrektur von Ausdrücken geholfen haben.

Herr H. Schmidl war durch seine stetige Hilfsbereitschaft und spontanem Humor eine freundliche und hilfreiche Unterstützung im Umgang mit der Beschleunigeranlage.

Meine Frau und meinen Kindern danke ich für ihr Verständnis und konstante Unterstützung, ohne welcher diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.